

## THÈSE

Pour obtenir le grade de

## DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

Spécialité : **Physique Appliquée**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

**Mathieu Diers**

Thèse dirigée par **Mme Ana Lacoste** et **Mr Beat Schmidt**

préparée au sein du **LPSC, Groupe CRPMN**  
dans l'**École Doctorale de Physique de Grenoble**

**Conception, étude et optimisation de nouvelles sources plasma à la résonance cyclotronique électronique.**  
**Application aux dépôts par voie chimique et par pulvérisation.**

Thèse soutenue à huis clos le **21 Décembre 2010**,  
devant le jury composé de :

**Mr Johann Collot**, Président du Jury  
Professeur, Université Joseph Fourier, Grenoble

**Mr Thierry Belmonte**, Rapporteur  
Directeur de Recherche, IJL, Nancy

**Mr Patrice Raynaud**, Rapporteur  
Directeur de Recherche, LAPLACE, Toulouse

**Mme Caroline Boisse-Laporte**, Examinateur  
Directrice de Recherche, LPGP, Orsay

**Mme Ana Lacoste**, Directeur de Thèse  
Professeur, Université Joseph Fourier, Grenoble

**Mr Jacques Pelletier**  
Directeur de Recherche Émérite, LPSC, Grenoble

**Mr Beat Schmidt**  
Ingénieur, HEF R&D, Andrézieux-Bouthéon

*Université Joseph Fourier / Université Pierre Mendès France /  
Université Stendhal / Université de Savoie / Grenoble INP*



# Table des matières

<b>Introduction</b>	<b>4</b>
<b>1. État de l'art des sources micro-onde actuellement utilisées</b>	<b>9</b>
1.1. Introduction	9
1.2. Principe de fonctionnement des sources micro-onde actuellement utilisées	9
1.3. Avantages des sources micro-onde par rapport au DC pulsé	12
1.4. Configuration spatiale des sources élémentaires	13
1.5. Modifications effectuées pour l'industrialisation des sources micro-onde actuelles	16
1.5.1. Choix d'un nouveau diélectrique	16
1.5.2. Protection des sources micro-onde	18
1.6. Paramètres influant sur les propriétés des couches DLC	19
1.6.1. Influence de la disposition magnétique sur l'uniformité des paramètres plasma et sur les dépôts DLC	19
1.6.2. Influence de l'ajout d'hydrogène sur les propriétés des couches DLC	31
1.7. Conclusions sur le chapitre	37
<b>2. Étude d'une source micro-onde de génération 2</b>	<b>40</b>
2.1. Introduction	40
2.2. Conception mécanique de la source élémentaire de génération 2	40
2.3. Utilisation d'une sonde de Langmuir cylindrique sous champ magnétique	41
2.3.1. Caractéristiques de sonde en présence de champ magnétique	42
2.3.2. Détection des électrons chauds	44
2.4. Caractérisation électrique du plasma créé par une source de génération 2	47
2.5. Comparaison de la source de génération 2 avec une source élémentaire standard	53
2.6. Influence de l'ajout d'une protection autour de l'aimant sur la densité ionique	55
2.7. Différence de comportement du plasma créé par la source de génération 2 selon la configuration géométrique du réacteur	60
2.8. Conclusions sur le chapitre	63
<b>3. Développement d'une source micro-onde de génération 3</b>	<b>66</b>
3.1. Introduction	66
3.2. État de l'art relatif aux sources micro-onde élémentaires produisant un plasma orienté vers l'avant de la source	66
3.3. Premier prototype de la nouvelle source micro-onde (génération 3)	69
3.4. Amorçage du plasma	73
3.5. Paramètres plasma en fonction des conditions opératoires	76
3.6. Comparaison entre différentes configurations géométriques de source	82
3.7. Tests de dépôt DLC et comparaison avec la source élémentaire standard	85
3.8. Évolution de la source après plusieurs dépôts DLC	87
3.9. Conclusions sur le chapitre	88

<b>4. Développement d'une source étendue</b>	<b>91</b>
4.1. Introduction	91
4.2. Configuration de la source étendue	91
4.3. Amorçage et entretien d'un plasma d'argon	97
4.4. Paramètres de claquage du plasma	101
4.5. Performances électriques du plasma	108
4.6. Performances du procédé de dépôt DLC	112
4.7. Modification du champ magnétique de la source étendue	115
4.8. Conclusions sur le chapitre	117
 <b>5. Association de sources micro-onde avec une cathode magnétron</b>	 <b>119</b>
5.1. Introduction	119
5.2. État de l'art sur l'utilisation industrielle de cathodes magnétron	119
5.3. Limitations de la technologie magnétron	123
5.4. Intérêt de l'assistance ionique par des sources micro-onde	124
5.5. Association de sources élémentaires standard avec une cible sans système magnétique de type magnétron	125
5.6. Association de sources élémentaires standard avec une cible magnétron	130
5.7. Association de la source étendue avec une cathode magnétron	134
5.7.1. Principe de fonctionnement et objectifs visés	134
5.7.2. Conception mécanique du système	137
5.7.3. Tests de fonctionnement	137
5.7.4. Tests de dépôt CrN	139
5.8. Conclusions sur le chapitre	141
 <b>Conclusion générale et perspectives</b>	 <b>143</b>
 <b>Références</b>	 <b>146</b>
 <b>Annexe A. Mécanismes de production et de diffusion du plasma dans un champ magnétique multipolaire</b>	 <b>150</b>
<b>Annexe B. Points miroirs et cône de pertes d'un miroir magnétique</b>	<b>154</b>
<b>Annexe C. Méthodes de caractérisation spécifique de couches minces</b>	<b>158</b>

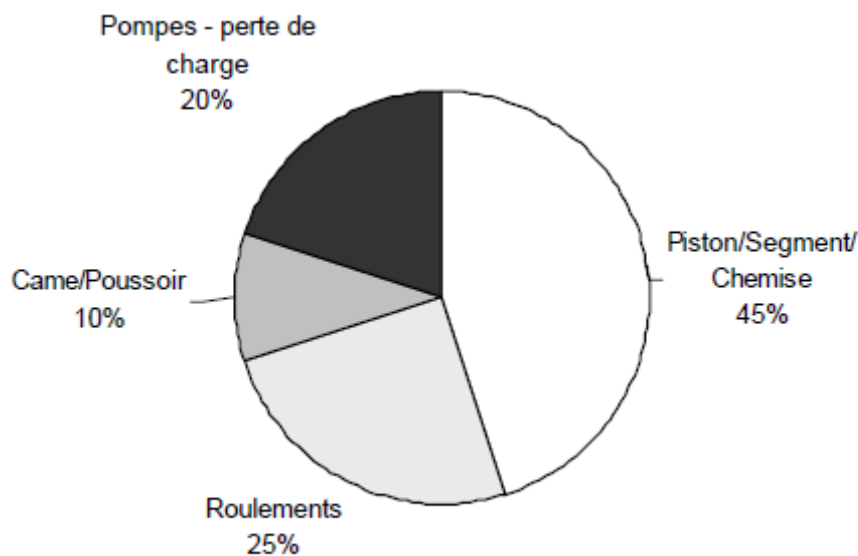
# Introduction

## Introduction

HEF R&D (Hydromécanique Et Frottements) est le premier équipementier et façonnier français en traitements de surface par plasmas, hors microélectronique, et les activités de la société sont reconnues, aussi bien sur le plan national qu'international (Europe, Asie) dans le domaine des dépôts en couches minces par PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition) et PAPVD (Plasma Assisted Physical Vapour Deposition). A titre indicatif, l'activité de dépôts sous vide par voie plasma représente 12 % du chiffre d'affaire de HEF (exercice 2008-2009) et est en constante croissance.

De manière générale, depuis les années 90, les dépôts durs et minces obtenus par procédés plasma (PAPVD ou PACVD) se sont développés de manière importante en milieu industriel en raison de la forte valeur apportée du point de vue des performances tribologiques des pièces mécaniques. En effet, ces dépôts surclassent les traitements de durcissement superficiel traditionnels, tels que les traitements électrochimiques, par leurs propriétés intrinsèques : dureté, module, et résistance à l'usure. De plus, les normes européennes portant sur la limitation de l'émission de rejets gazeux par les procédés électrochimiques classiques continuent aujourd'hui de se durcir afin de répondre aux exigences imposées par la politique du développement durable.

C'est pourquoi le groupe HEF s'est positionné sur la thématique des traitements assistés par voie plasma, notamment sur l'application de dépôts durs et minces, comme le DLC, sur des pièces de moteurs. L'augmentation de la résistance à l'usure de ces pièces ainsi que la diminution des pertes d'énergie par frottement permettent de réaliser des économies de carburant et une limitation des rejets de gaz à effet de serre. Selon le type de véhicule (diesel ou essence) et le régime du moteur, le frottement représente une perte d'énergie de 15 à 40 % de l'énergie totale disponible lors de la combustion du carburant [1-2]. A titre indicatif, la répartition de ces pertes mécaniques par frottement dans un moteur à explosion est présentée sur le diagramme (Fig.1) [1].



**Figure 1 :** Répartition des pertes mécaniques par frottement dans un moteur.

Une autre thématique développée par HEF consiste à effectuer des dépôts sur des outils d'usinage tels que des forets de perceuse. Ces couches, principalement du CrN et du TiN, permettent à la fois d'améliorer la résistance à l'usure de ce type de pièces, et de leur procurer un aspect argenté ou doré.

Comme tout procédé industriel, l'objectif à atteindre est la diminution des coûts directs et indirects des traitements de surface sans perdre la valeur ajoutée des couches déposées. Ceci implique notamment d'obtenir la meilleure uniformité possible du traitement dans le volume d'un réacteur, de diminuer au maximum le temps utile pour le dépôt de la couche, et de réduire le volume horaire lié à la maintenance. C'est pourquoi il est essentiel aujourd'hui de disposer de sources plasma uniformes sur de grandes dimensions et de forte densité afin d'assurer une forte assistance ionique dans les procédés PAPVD et/ou une forte concentration en espèces réactives dans les procédés PACVD.

Par rapport à ces exigences industrielles, la technique la plus courante utilisée pour les procédés PAPVD est la pulvérisation réactive plasma magnétron, en raison d'une vitesse supérieure de plus d'un ordre de grandeur à celle obtenue par les techniques de pulvérisation cathodique (de type diode, sans champ magnétique) et de pulvérisation par faisceaux d'ions. Toutefois, l'utilisation unique d'une cathode magnétron présente des inconvénients. En effet, la densité du plasma est moindre en dehors de la zone du champ magnétique de confinement, et en particulier près des pièces à traiter, d'où une faible assistance ionique au niveau du dépôt, y compris dans le cas d'une polarisation indépendante des pièces, et une faible ionisation des atomes pulvérisés. Les solutions envisagées jusqu'à présent pour remédier à ces deux problèmes consistent à ajouter une source additionnelle de plasma excité, soit par filaments, soit par micro-ondes, soit encore par boucle RF [3,4].

Les plasmas RF présentent des inconvénients importants en vue d'une extension d'échelle. En effet, l'extension de ces sources se heurte au problème de l'uniformité des traitements de surface dès que la longueur d'onde  $\lambda$  du champ électrique appliqué est voisine des dimensions à traiter. Cette problématique de l'uniformité apparaît dès que l'on augmente soit la fréquence du champ électrique pour améliorer le rendement en termes de production d'espèces réactives et/ou ioniques, soit les dimensions du réacteur et donc de la source plasma RF pour augmenter le nombre de pièces à traiter en un seul dépôt ou pour pouvoir traiter des pièces de grandes dimensions.

En revanche, avec les plasmas micro-onde à couplage résonnant RCE, la problématique liée à l'extension d'échelle est différente. En effet, la longueur d'onde est nettement inférieure aux dimensions des réacteurs et des pièces à traiter. De plus, il est possible d'obtenir une uniformité satisfaisante en distribuant de manière uniforme la puissance électrique sur des sources de plasma élémentaires qui doivent être réparties spatialement de manière uniforme. La répartition spatiale de sources plasma micro-onde élémentaires à couplage résonnant RCE [5-16] présente l'avantage d'une adaptabilité à tout type de réacteur en termes de dimensions et de forme. De plus, ces sources permettent le découplage entre la production du plasma sans électrode et la polarisation des pièces à traiter. Cela se traduit par un contrôle indépendant du flux et de l'énergie des ions.

La technologie phare développée depuis plusieurs années par la société HEF est basée sur la pulvérisation cathodique de type *Magnétron*, qui connaît un grand succès dans le domaine. Toutefois, les limitations bien identifiées de cette technologie et le souhait d'ouverture vers

des nouveaux procédés ont été décisifs dans l'orientation de la société vers de nouvelles technologies. Cette volonté s'est concrétisée par un programme de mise en œuvre et de développement de la technologie micro-onde comme technologie générique de la société pour certaines de leurs applications industrielles comme les dépôts DLC ou CrN.

Les travaux effectués dans le cadre de cette thèse s'inscrivent donc dans ce programme général qui s'est déroulé en plusieurs étapes, conformément à l'organisation de ce mémoire.

Dans un premier temps, le choix de HEF s'est porté sur l'intégration, dans un réacteur industriel, de sources plasma micro-onde *multi-dipolaires* développées par le groupe CRPMN (Plasmas-Matériaux-Nanostructures) du LPSC en vue de la réalisation de dépôts de type DLC par PACVD. Ce travail fait l'objet du premier chapitre qui, après un rappel du principe de fonctionnement et des principaux avantages de ces sources *multi-dipolaires* par rapport à la technologie *DC pulsé*, présente les différents modes de répartition spatiale de sources individuelles choisis pour la réalisation de dépôts de DLC. Les inconvénients ressortis lors de l'utilisation de ces sources dans des procédés industriels et les solutions de repli adoptées sont aussi présentés.

La dernière partie du premier chapitre porte, d'une part, sur les propriétés des dépôts réalisés et la mise au point du procédé, et, d'autre part, sur l'influence de la disposition spatiale de sources élémentaires et des modifications apportées sur les propriétés des couches minces obtenues.

La deuxième partie traite de la modification de la première génération de sources développées par le CRPMN, tout en gardant le concept de fonctionnement initial, afin d'améliorer la robustesse mécanique de celles-ci et d'assurer la protection des sources contre le dépôt lors des procédés. Après un succinct rappel de la méthode d'analyse des courbes de sonde de Langmuir, les paramètres électriques du plasma créé par cette deuxième génération de source sont présentés. Cette caractérisation par sonde électrostatique a pour objectifs de déterminer l'évolution des paramètres électriques en fonction de la pression et de la puissance, et de comparer dans les mêmes conditions opératoires les performances de la deuxième génération de sources avec celles de la première génération. Les différences constatées sur le comportement du plasma selon le réacteur dans lequel la source est installée sont ensuite exposées.

Le troisième chapitre présente le développement d'une nouvelle source plasma micro-onde élémentaire basée, d'une part, sur une nouvelle configuration de la structure magnétique permettant de renforcer la production du plasma dans la zone orientée directement vers les pièces à traiter, et, d'autre part, sur une nouvelle configuration au niveau de la terminaison de l'applicateur micro-onde. Ces modifications ont pour objectifs : i) l'augmentation du rendement en termes de densité ionique et de vitesse de dépôt des couches DLC au niveau des pièces ; ii) la protection du passage micro-onde contre le dépôt ; iii) la diminution de l'encombrement dans le réacteur.

Après une présentation de solutions initialement développées par le groupe CRPMN et de leurs inconvénients liés à leur utilisation à l'échelle industrielle, le concept de la nouvelle source développée à HEF est présenté. Les tests d'amorçage et les observations qualitatives du plasma sont exposés, puis l'influence des différents paramètres géométriques de la source sur ses performances électriques est présentée. La comparaison des couches DLC déposées, entre la nouvelle source et la source élémentaire standard, en termes d'uniformité et de propriétés mécaniques termine cette partie.

L'impératif de l'extension d'échelle de sources plasma a conduit au développement d'une nouvelle configuration de *source étendue*. Compte tenu des performances, en termes de propriétés mécaniques des couches DLC et de densité ionique au niveau des pièces à traiter, de la source individuelle décrite dans le chapitre trois, son concept de base est repris lors du développement de la nouvelle *source étendue*. La description et les performances de cette source font l'objet du chapitre quatre. Ainsi, après la description des configurations mécanique et magnétique de cette source étendue, les tests d'amorçage et d'entretien d'un plasma d'argon sont exposés. Les paramètres influents sur l'amorçage du plasma, ainsi que les performances de la source étendue en termes de densité ionique, d'uniformité et de caractéristiques mécaniques des dépôts DLC sont ensuite présentés. Les modifications du champ magnétique effectuées pour remédier aux difficultés d'amorçage constatées avec une première configuration magnétique et pour améliorer la stabilité du plasma d'entretien clôturent cette partie.

Le cinquième chapitre et dernière partie de ce travail présente l'association de la source étendue, décrite dans le chapitre quatre, avec une cathode magnétron pour des applications de pulvérisation assistée par plasma réactif. La première partie de ce chapitre revient sur l'état de l'art de l'utilisation industrielle des cathodes magnétron, rappelle les limitations de cette technologie, et, enfin, récapitule l'intérêt d'utiliser des sources micro-onde.

En vue d'un renforcement de l'assistance ionique à la croissance des couches déposées avec une cathode magnétron, trois configurations sont étudiées afin de valider ou non leur développement pour les applications de HEF. Une première configuration consiste à associer des sources élémentaires standard (décrites dans le chapitre 1) avec une cathode dépourvue de champ magnétique, une deuxième configuration consiste à associer des sources élémentaires standard avec une cathode magnétron, puis une troisième configuration consiste à associer la source étendue avec une cathode magnétron. Les résultats des études de ces trois configurations ont permis de sélectionner l'association de la source étendue avec une cathode magnétron. Les premiers tests de fonctionnement et les propriétés des dépôts CrN déposés avec cette configuration sont alors exposés.

Les conclusions sur le travail de cette thèse et les principaux axes de développement, concernant la source étendue pour les dépôts DLC et l'association de cette source étendue avec une cathode magnétron pour les dépôts CrN, achèvent ce mémoire.



# **État de l'art des sources micro-onde actuellement utilisées**

# **1. État de l'art des sources micro-onde actuellement utilisées**

## **1.1. Introduction**

L'objet de ce chapitre est de présenter le concept et l'utilisation de la première génération de sources plasma micro-onde intégrées dans les réacteurs industriels de HEF.

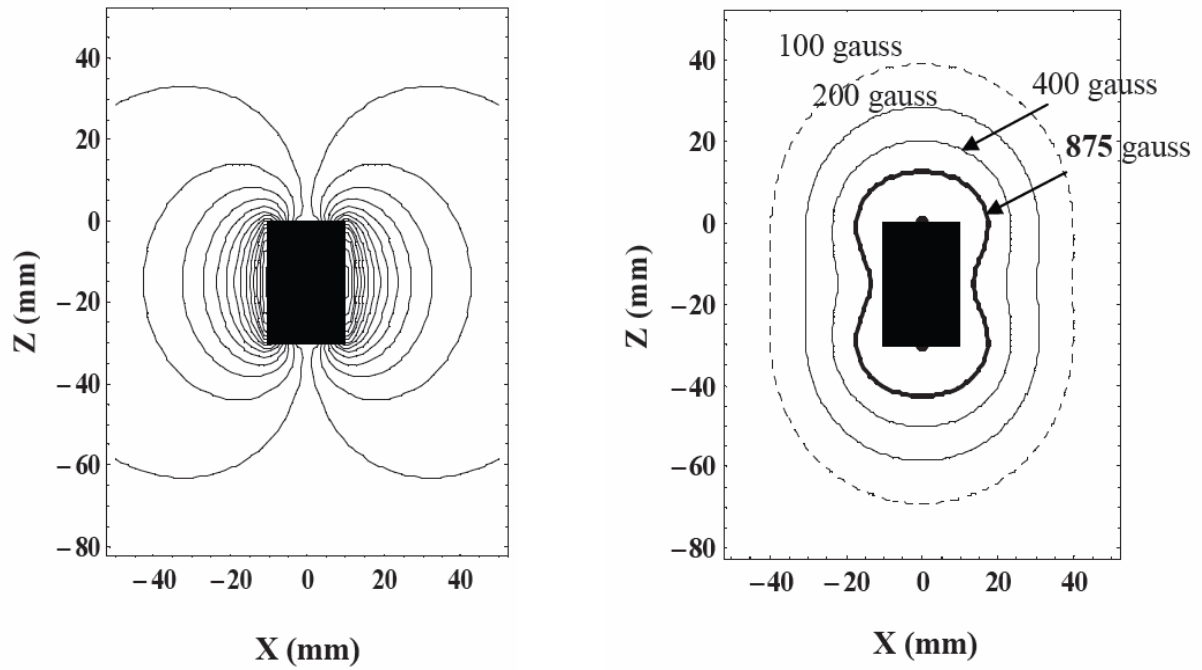
Après une présentation du principe de fonctionnement de ces sources dans la Section 1.2, de leurs avantages pour les procédés industriels dans la Section 1.3, et de leur mise en place dans les réacteurs dans la Section 1.4, les modifications effectuées sur les applicateurs micro-onde pour limiter une partie de leurs inconvénients d'un point de vue industriel sont décrites dans la Section 1.5. Une étude sur l'influence de la configuration magnétique des sources élémentaires standard et de l'ajout d'hydrogène moléculaire dans les gaz précurseurs sur les propriétés mécaniques des couches de DLC déposées est ensuite présentée dans la Section 1.6.

## **1.2. Principe de fonctionnement des sources micro-onde actuellement utilisées**

Les sources de plasma micro-ondes impliquant un couplage de la puissance par le mécanisme de résonance cyclotronique électronique (RCE), qui ont été développées au LPSC et adoptées par le groupe HEF, sont constituées de deux parties :

- i) Un applicateur de micro-onde constitué d'une ligne coaxiale (Fig. 1.2). Cet applicateur comporte une fenêtre diélectrique permettant d'assurer l'étanchéité du vide, et d'un adaptateur d'impédance pour minimiser la puissance réfléchie.
- ii) Un aimant permanent (SmCo) placé à l'extrémité de l'âme centrale de la ligne coaxiale et qui présente une symétrie azimutale autour de son axe d'aimantation. Le champ magnétique généré par celui-ci est représenté sur la Fig. 1.1. Le couplage RCE est obtenu pour des champs magnétiques de 875 Gauss à la fréquence d'excitation de 2,45 GHz.

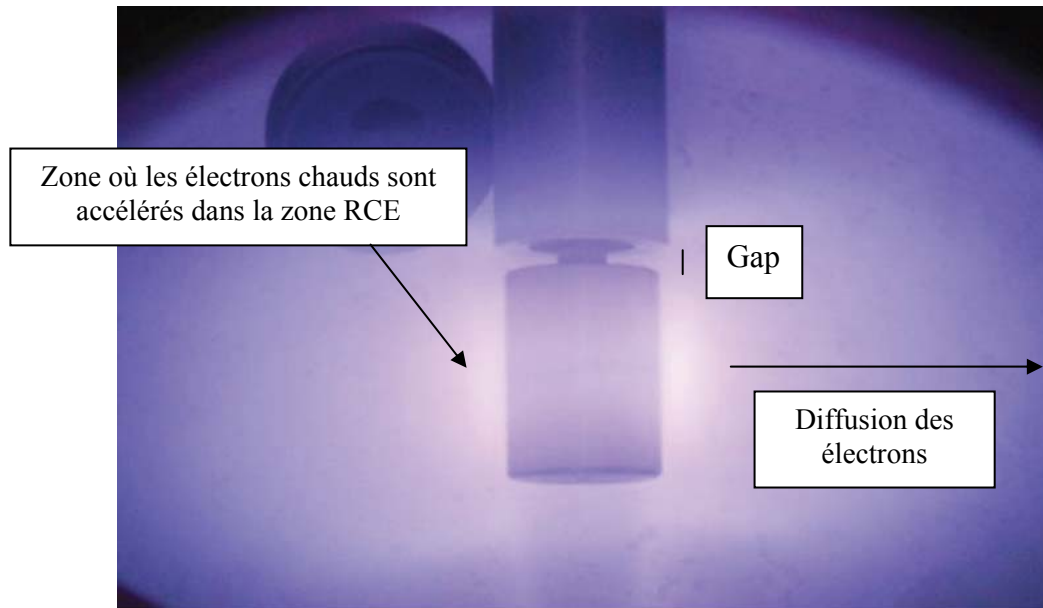
Le transfert d'énergie du champ électrique aux électrons s'effectue aux endroits où le champ électrique micro-onde a une forte composante perpendiculaire aux lignes de champ magnétique et lorsque ce dernier vaut 875 Gauss. Les électrons chauds accélérés sont piégés par le champ magnétique et effectuent des oscillations entre 2 points miroirs tout en restant confinés entre 2 lignes de champ magnétique [17]. Ce mouvement se produit tant que l'électron ne subit pas de collision élastique ou inélastique. Les électrons ayant perdu leur énergie via les collisions inélastiques subissent de plus en plus l'influence du champ électrique de charge d'espace qui tend à les éloigner de la zone RCE, des zones de densité maximum vers les zones de densité plus faible (Fig. 1.3). Les températures électroniques des électrons chauds créés dans les zones RCE et des électrons ayant diffusés hors de la zone RCE sont respectivement de 16 eV et 4 eV.



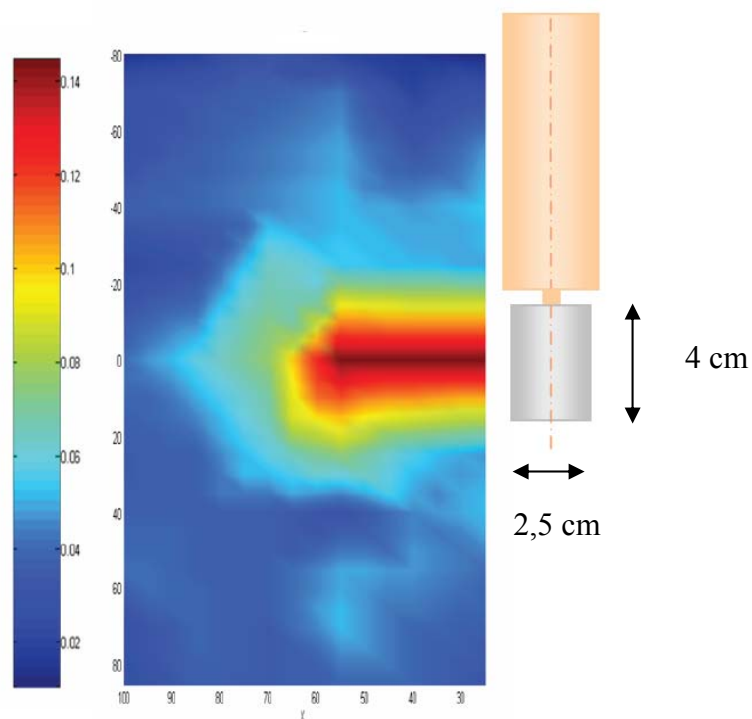
**Figure 1.1 :** Configuration du champ magnétique produit par un aimant cylindrique avec une aimantation axiale : gauche) lignes de champ magnétique ; droite) lignes d'amplitude de champ magnétique constante.



**Figure 1.2 :** Cliché de l'intérieur d'un applicateur micro-onde.



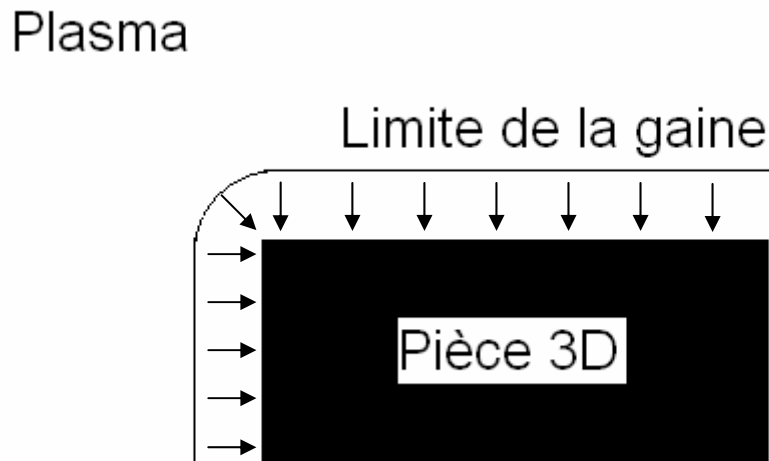
**Figure 1.3 :** *Vue latérale de la source élémentaire en fonctionnement (1,5 mTorr argon, 100 W). Le terme gap est une abréviation pour définir l'espace entre l'extrémité du coaxial et l'aimant.*



**Figure 1.4 :** *Variations de la densité ionique ( $\times 10^{12} \text{ cm}^{-3}$ ) au voisinage de la source dipolaire.*

### 1.3. Avantages des sources micro-onde par rapport au DC pulsé

Historiquement, dans un procédé industriel de dépôt les couches de DLC déposées étaient élaborées par la technologie dite DC pulsé qui consiste à polariser les pièces à traiter avec un potentiel DC pulsé. Cette polarisation sert à la fois à créer le plasma et à accélérer les ions pour le bombardement de la couche. Ce type de source ne permet donc pas de découpler la densité du plasma (et donc le flux d'ions arrivant sur la surface) et l'énergie des ions. De plus, la densité ionique atteinte avec le DC pulsé est faible (typiquement entre  $10^9$  et  $10^{10} \text{ cm}^{-3}$ ), ce qui peut créer un surbombardement des arêtes de pièces tridimensionnelles (Fig. 1.5). En effet, plus la densité du plasma est faible plus la taille de la gaine augmente, ce qui conduit à un surbombardement des arêtes des pièces 3D. La technologie micro-onde permet d'atteindre des densités plus importantes (typiquement entre  $10^{10}$  et  $10^{11} \text{ cm}^{-3}$ ) et donc de réduire considérablement cette difficulté de surbombardement des arêtes des pièces 3D. De plus, cette technologie permet de séparer la production du plasma de la polarisation du substrat.

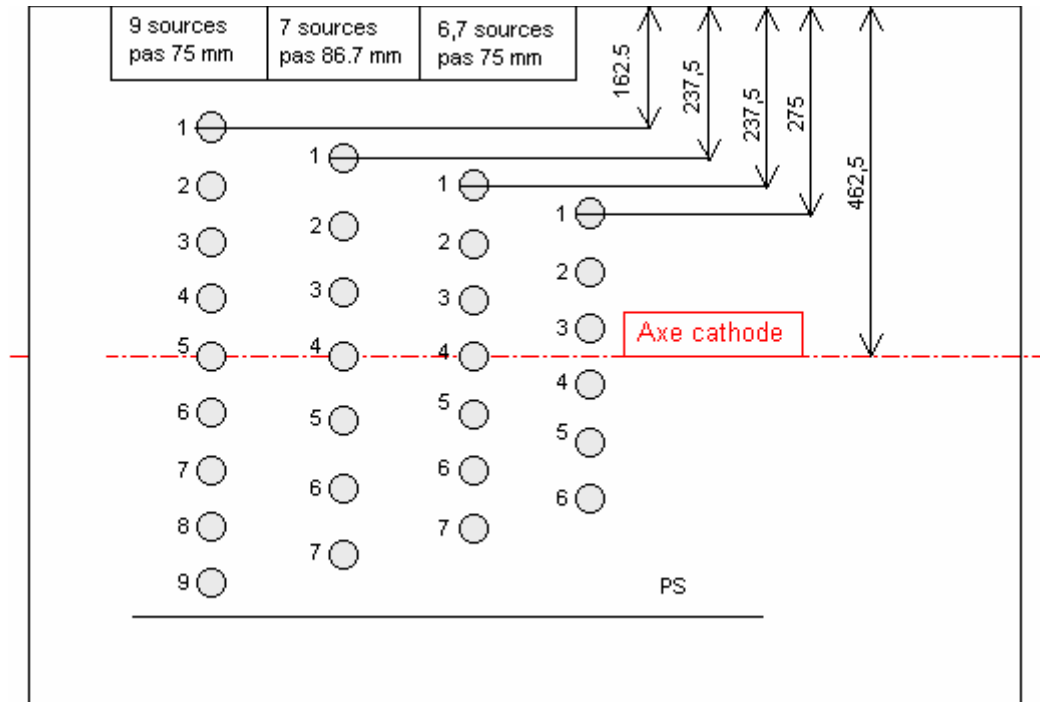


*Figure 1.5 : Représentation schématique du surbombardement d'une arête de pièce tridimensionnelle (3D).*

La pression de travail est typiquement de  $1,5 \times 10^{-2}$  mbar en DC pulsé, contre quelques  $10^{-3}$  mbar avec la technologie micro-ondes, d'où une vitesse de dépôt plus faible avec les micro-ondes malgré une densité plus importante ( $1 \mu\text{m/h}$  en DC pulsé,  $0,7 \mu\text{m/h}$  avec les micro-ondes). Les propriétés mécaniques des couches de DLC optimisées avec les deux technologies sont équivalentes (dureté comprise entre 3000 Hv et 3400 Hv, module d'Young compris entre 200 GPa et 220 GPa). Néanmoins, il est nécessaire d'appliquer un potentiel sur les substrats plus important avec le DC pulsé de - 500 V contre - 380 V avec les micro-ondes. Si, en DC pulsé, on diminue la tension appliquée sur les pièces, la vitesse de dépôt diminue aussi corrélativement à la densité du plasma.

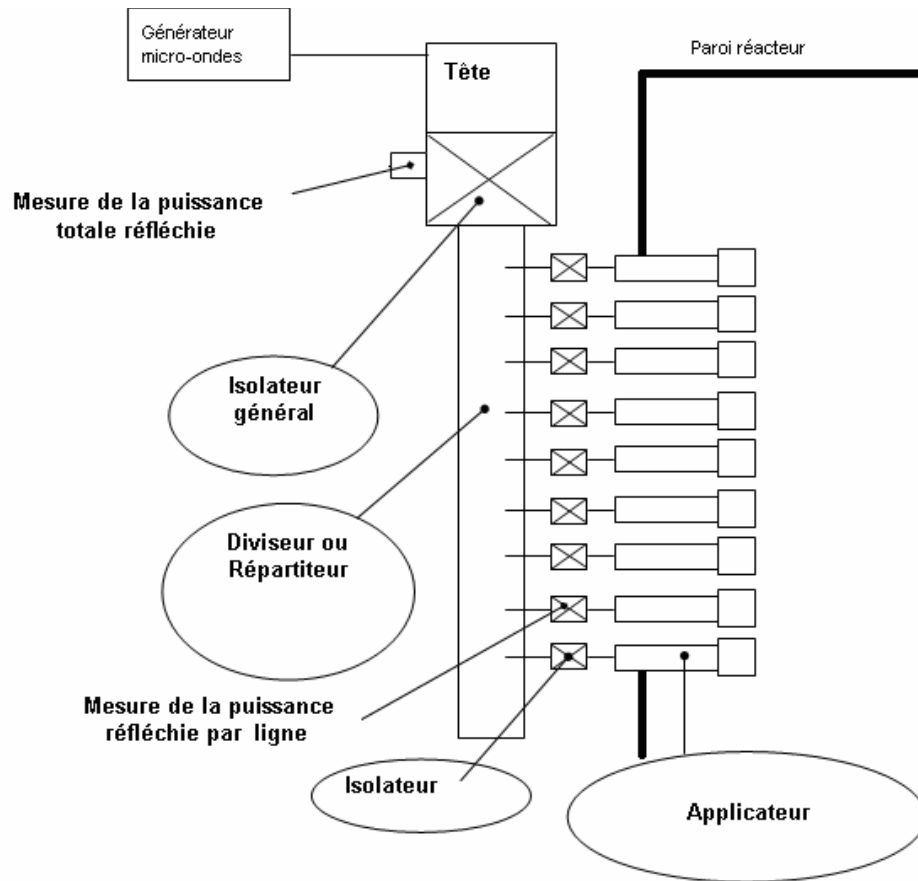
### 1.4. Configuration spatiale des sources élémentaires

Un exemple typique de réacteur industriel d'HEF R&D est celui d'une enceinte comportant une cathode magnétron (de 705 mm de hauteur par exemple) sur une face, et une ligne de sources micro-onde placées sur une autre face en vis-à-vis de la cathode. Les pièces 3D à traiter sont placées au milieu du réacteur et effectuent une rotation planétaire afin d'homogénéiser le dépôt effectué sur ces pièces. Plusieurs études ont permis de comparer différentes configurations spatiales de ces sources micro-onde : configuration géométrique, distance entre sources et nombre de sources.

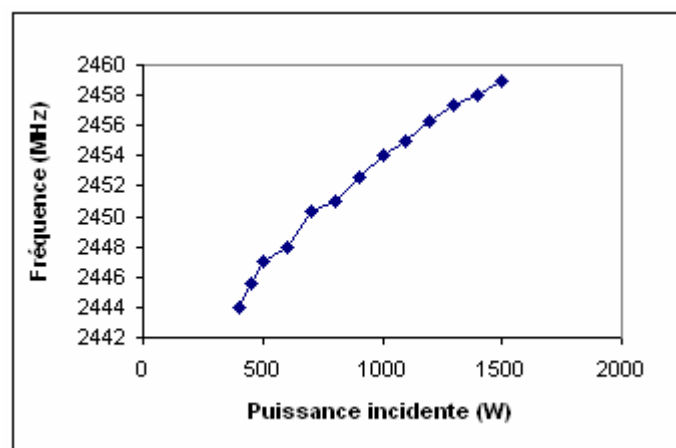


**Figure 1.6 :** Schéma du positionnement des sources élémentaires par rapport à l'axe de la cathode.

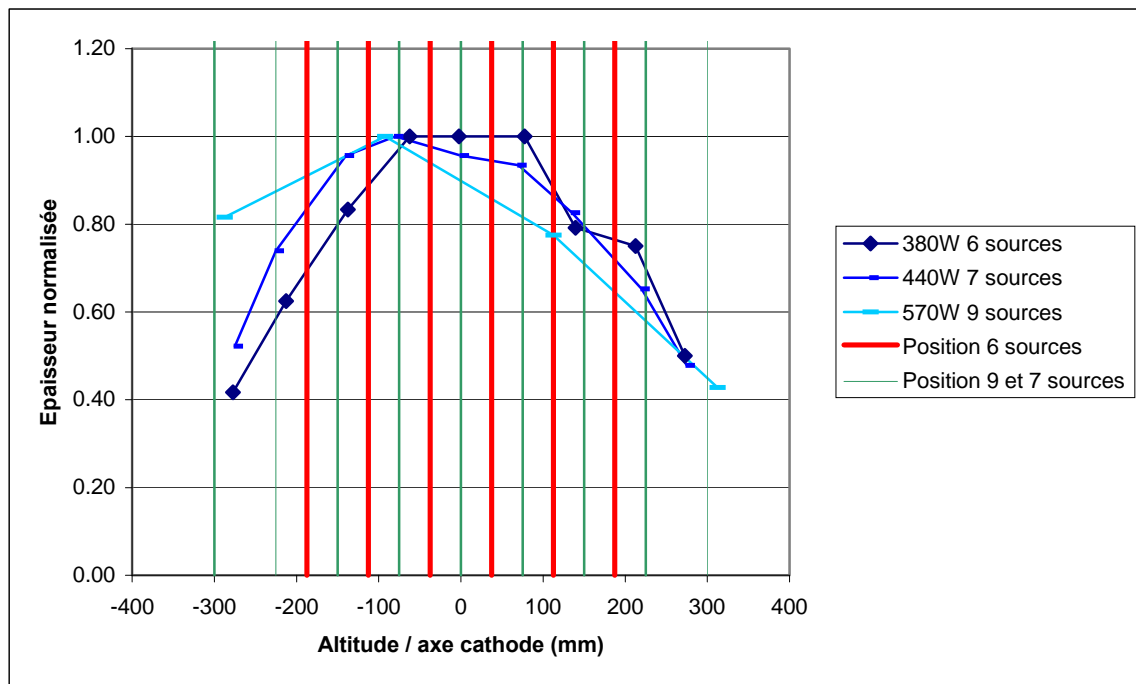
Chaque configuration géométrique a nécessité un diviseur de puissance différent, monté selon le schéma de la Fig. 1.7. Les isolateurs (ou circulateurs) placés en amont de chaque source élémentaire permettent d'éviter que la puissance réfléchie des sources vienne perturber la distribution de puissance dans le diviseur [18]. Le générateur de micro-ondes à la fréquence de 2,45 GHz fourni par Sairem délivre une puissance maximale de 1,2 kW ou 2 kW selon le cas. Les diviseurs de puissance sont également fournis par Sairem, leur configuration étant déterminée pour assurer une répartition équivalente sur tous les applicateurs micro-onde. Néanmoins, la fréquence réellement délivrée par les alimentations Sairem varie en fonction de la puissance délivrée comme présenté sur la Fig. 1.8. Cette évolution de la fréquence peut créer des déséquilibres dans la répartition de la puissance sur les applicateurs micro-onde et ainsi modifier légèrement l'uniformité d'un traitement (e.g. dépôt de DLC) suivant la hauteur.



**Figure 1.7 :** Schéma d'installation d'un système de distribution des micro-ondes sur un réacteur HEF.



**Figure 1.8 :** Évolution de la fréquence délivrée par une alimentation Sairem 2 kW en fonction de la puissance délivrée.



**Figure 1.9 :** Comparaison de l'uniformité des dépôts de DLC selon le diviseur utilisé (6, 7 ou 9 voies d'entraxe 75 mm).

Les diviseurs 6 et 7 voies avec une entraxe de 75 mm permettent d'obtenir une répartition d'épaisseur avec un maximum pas systématiquement dans l'axe central et des minimums en haut et en bas de l'enceinte (Fig. 1.9). Pour un écart d'épaisseur de 40 % et 30 %, la hauteur utile de traitement pour un DLC est reportée dans le Tableau I. En ce qui concerne le diviseur 9 voies, on observe une forte dissymétrie au niveau de la répartition qui pourrait s'expliquer également par une mauvaise répartition de la puissance via le diviseur utilisé. Les résultats d'homogénéité du traitement DLC obtenus avec une ligne 7 voies entraxe de 86,7 mm sont similaires à ceux obtenus avec une ligne 7 voies entraxe de 75 mm. Les résultats montrent également que pour une taille de réacteur industriel donnée, l'homogénéité des dépôts reste fortement contraintes par la proximité des parois. Il n'est donc pas forcément utile de trop augmenter le nombre de crayons, d'autant plus que des difficultés liées à la répartition de la puissance dans le diviseur sont susceptibles d'apparaître. La majorité des réacteurs industriels d'HEF sont équipés d'une ligne 7 voies avec une entraxe de 75 mm et avec une entraxe de 86,7 mm.

Longueur utile de traitement (mm)	6 voies entraxe 75 mm	7 voies entraxe 75 mm
30% d'écart d'épaisseur	400	450
40% d'écart d'épaisseur	450	500

**Tableau I :** Longueur utile de traitement avec des lignes 6 voies et 7 voies (entraxe 75 mm).



### 1.5. Modifications effectuées pour l'industrialisation des sources micro-onde actuelles

Les sources élémentaires de première génération présentent plusieurs inconvénients dans le cadre d'une utilisation industrielle. Parmi ces inconvénients, on peut citer :

- i) La fragilité de la fenêtre diélectrique, en quartz (cf. Fig. 1.2), qui peut se fissurer dès la moindre contrainte mécanique appliquée, par exemple lors du montage/démontage de ces sources, ou lors du nettoyage manuel des applicateurs. L'étanchéité au vide ne peut plus alors être assurée et les opérations de maintenance pour changer le quartz peuvent nécessiter un volume horaire important.
- ii) Pendant les dépôts de DLC, beaucoup de carbone se dépose sur l'applicateur micro-onde ainsi qu'à l'intérieur de l'extrémité du coaxial. Il a été parfois observé du dépôt sur l'extrémité du quartz en contact avec le plasma, ainsi que dans le gap (espace entre l'extrémité du coaxial et l'aimant comme indiqué sur la Fig. 1.3). Une conséquence de ces dépôts est la modification de la propagation des micro-ondes au niveau du quartz et au niveau du gap, ce qui peut rendre l'adaptation d'impédance très difficile. De plus, ce dépôt devant être nettoyé manuellement, il y a risque de détérioration de la fenêtre en quartz.

C'est pourquoi deux changements ont été réalisés afin de pallier ces deux inconvénients : le remplacement du quartz par un autre diélectrique ayant une plus grande résistance mécanique, et la mise en place d'un dispositif de protection vis-à-vis du dépôt.

#### 1.5.1. Choix d'un nouveau diélectrique

L'objectif consiste donc à rechercher un matériau diélectrique présentant une meilleure résistance mécanique que le quartz. Néanmoins, ce matériau doit être également choisi en fonction de ses propriétés diélectriques pour éviter l'absorption de puissance micro-onde.

Matériau	Dureté (Mohs)	Module Young (GPa)	Résistance flexion (MPa)
Quartz	7	31	10
Alumine	9	350	380
Cordiérite	7	130	120
Stéatite	7	100	130
Zircone	7	200	700
Nitrure de Bore	2	30	> 700
Nitrure Aluminium	7	320	300
Macor		70	100

**Tableau II :** Propriétés mécaniques de différents matériaux diélectriques.

Le Tableau II résume les propriétés mécaniques des différents matériaux envisageables. Il apparaît clairement que le quartz est le matériau présentant la plus faible résistance à la flexion. L'alumine présente des propriétés intéressantes dans le cadre d'une utilisation industrielle, mais il convient de vérifier si l'absorption des micro-ondes reste faible avec ce matériau [19].

Si on note  $P(0)$  la puissance à l'entrée du diélectrique et  $P(z)$  la puissance à sa sortie, le rapport entre ces 2 quantités vérifie la relation :

$$R = \frac{P(z)}{P(0)} = \exp(-2\alpha z) \quad (1.1)$$

où  $\alpha$  est le coefficient d'absorption linéique (exprimé en  $m^{-1}$ ). Le coefficient d'absorption linéique et le coefficient de pertes angulaire sont reliés par la relation :

$$\alpha = \tan \delta \frac{\omega \sqrt{\epsilon_r}}{c} \quad (1.2)$$

où  $\tan \delta$  est le coefficient de perte angulaire,  $\omega$  la pulsation de l'onde,  $\epsilon_r$  la permittivité relative du diélectrique, et  $c$  la vitesse de la lumière dans le vide. Ce coefficient de pertes angulaire vérifie la relation suivante :

$$\tan \delta = \frac{\sigma}{\omega \epsilon_r} \quad (1.3)$$

où  $\sigma$  est la conductivité du diélectrique. Dans les applicateurs de première génération, la longueur des fenêtres diélectriques est choisie égale à  $k\lambda/2$  ( $k$  entier) de manière à compenser les réflexions aux interfaces vide-diélectrique, où  $\lambda$  est la longueur d'onde effective dans le diélectrique définie par :

$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{\epsilon_r}} \frac{c}{f} \quad (1.4)$$

où  $f$  est la fréquence de l'onde (2,45 GHz dans notre cas).

Le Tableau III donne les valeurs théoriques du rapport entre la puissance d'entrée et la puissance de sortie du diélectrique pour chaque matériau considéré, ce qui permet d'évaluer la puissance absorbée dans le diélectrique (longueur  $\lambda/2$ ).

Matériau	$\epsilon_r$	$\lambda/2$ (cm)	$\tan \delta$	$\alpha$ (cm <sup>-1</sup> )	R (%)
Quartz	3,8	3,14	$6,00 \times 10^{-5}$	$6,00 \times 10^{-5}$	100
Alumine	9,9	1,95	$1,00 \times 10^{-4}$	$1,61 \times 10^{-4}$	99,9
Cordiérite	4,8	2,79	$1,00 \times 10^{-3}$	$1,12 \times 10^{-3}$	99,4
Stéatite	6	2,50	$1,80 \times 10^{-3}$	$2,26 \times 10^{-3}$	98,9
Zircone	22	1,31	$5,00 \times 10^{-2}$	$1,20 \times 10^{-1}$	73,0
Nitrure de Bore	4,3	2,95			
Nitrure Aluminium	8,1	2,15	$2,00 \times 10^{-3}$	$2,92 \times 10^{-3}$	98,8
Macor	5,7	2,56	$7,00 \times 10^{-3}$	$8,58 \times 10^{-3}$	95,7

**Tableau III :** Évaluation de la puissance transmise (en pourcentage) à travers une fenêtre diélectrique de longueur  $\lambda/2$ .

Les valeurs numériques de la permittivité relative et du coefficient de pertes présentées dans ce tableau, qui proviennent de la référence [20], ont été mesurées avec la fréquence de 1 MHz. Ces valeurs peuvent varier sensiblement en fonction de la nature et de la structure du matériau. Ainsi, l'alumine semble être le meilleur compromis entre les propriétés mécaniques et les propriétés diélectriques. Le choix définitif pour le remplacement de la fenêtre de quartz est une fenêtre d'alumine ayant une longueur égale à  $\lambda$  ( $k = 2$ ), soit 39 mm.

Plusieurs tests de dépôts (DLC, CrN haute température et basse température) en condition d'utilisation industrielle ont été réalisés avec une ligne 7 voies d'entraxe 75 mm. Les propriétés des couches déposées sont restées inchangées par rapport à celles déposées avec

des sources élémentaires équipées de quartz. Aucune élévation de la température au niveau du diélectrique n'a été observée, mais le réglage d'impédance s'est révélé plus sensible. En raison de la plus grande permittivité de l'alumine par rapport au quartz, la tolérance sur la longueur de la fenêtre d'alumine est plus critique. Néanmoins, la difficulté citée en introduction concernant les problèmes d'étanchéité engendrés par la fragilité du quartz est résolue avec l'alumine.

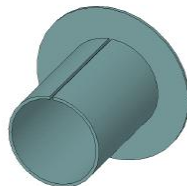
### 1.5.2. Protection des sources micro-onde

Dans le but de protéger autant que possible toutes les parties des sources élémentaires du dépôt de DLC (la vitesse de dépôt sur les aimants est typiquement de 20  $\mu\text{m/h}$ ), plusieurs éléments ont été installés :

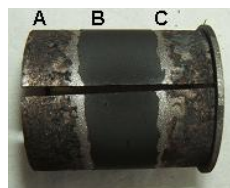
- i) Tôle de protection de la paroi du réacteur servant de support aux sources élémentaires (Fig. 1.10).
- ii) Embout de protection du tube en aluminium de la source et des bords des trous de la paroi du réacteur (Fig. 1.11).
- iii) Capuchon pour la protection de l'aimant contenant l'aimant en SmCo (Fig. 1.12).



*Figure 1.10 : Cliché de la tôle de protection de la paroi du réacteur.*

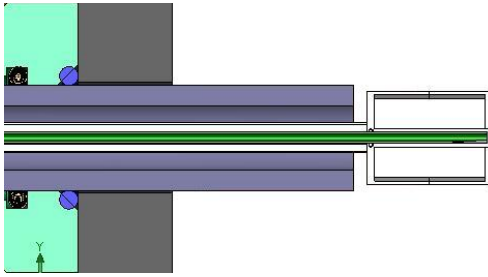


*Figure 1.11 : Schéma de la protection du tube en aluminium.*

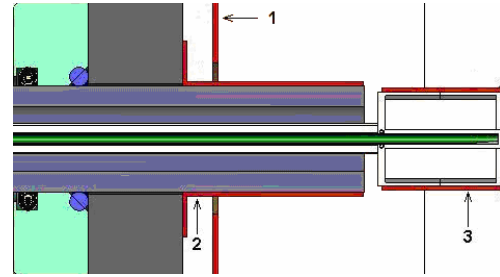


*Figure 1.12 : Cliché du capuchon pour la protection de l'aimant.*

Ces éléments de protection (cf. Figs. 1.13 et 1.14 pour leur disposition sur les sources élémentaires standard) sont tous en acier inoxydable amagnétique pour ne pas perturber le champ magnétique de l'aimant. Les protections des sources élémentaires sont de faible épaisseur, comprise entre 1 et 2 mm.



**Figure 1.13 :** Système non protégé.



**Figure 1.14 :** Système protégé (1 : tôle de protection, 2 : manchon, 3 : capuchon).

Comme nous le verrons dans la Chapitre 2, ces protections sur le tube en aluminium et sur l'aimant modifient légèrement la propagation des micro-ondes et le coefficient réflecteur des miroirs magnétiques autour de l'aimant au risque d'influencer sensiblement le rendement des sources (densité ionique pour une même puissance incidente). Néanmoins, les tests de dépôts de DLC n'ont montré quasiment aucune différence en termes de vitesse de dépôt et de propriétés mécaniques des couches (dureté, module d'Young). L'utilisation de ces protections a considérablement facilité le nettoyage des sources élémentaires et réduit les opérations de maintenance associées. De plus, la probabilité d'endommager le diélectrique s'en est retrouvée fortement réduite.

## 1.6. Paramètres influant sur les propriétés des couches DLC

Comme expliqué dans l'introduction de ce manuscrit de thèse, les dépôts de DLC réalisés à HEF sont destinés à durcir superficiellement des pièces mécaniques ainsi qu'à réduire leur usure. C'est pourquoi une partie de l'étude porte sur l'influence de paramètres du procédé industriel sur les propriétés mécaniques des couches déposées, principalement la disposition magnétique des sources élémentaires, et l'ajout d'hydrogène dans le mélange de gaz qui contient habituellement de l'acétylène (précurseur) et de l'argon.

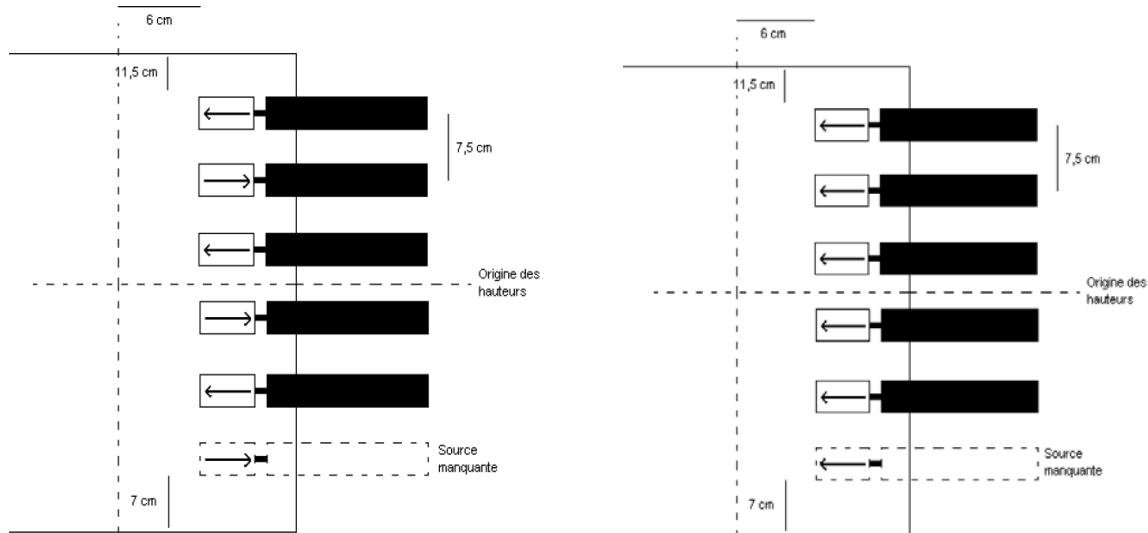
Les techniques de caractérisation des couches DLC utilisés pour cette étude sont :

- i) Micro-indentation pour les mesures de dureté mécanique et de module d'Young, sur 20 points différents de la surface du matériau, avec une charge maximale de 5 mN et un temps de montée en charge de 20 secondes.
- ii) Spectroscopie Raman avec une longueur monochromatique de 633 nm pour l'étude de l'influence de la disposition magnétique des sources élémentaires, et de 325 nm pour l'étude de l'influence de l'ajout d'hydrogène au gaz précurseur. Cette dernière longueur d'onde permet de déterminer plus efficacement le rapport entre les pics graphite (pic G) et diamant (pic D) des couches appartenant à cette famille de DLC [21]. La surface de la zone sondée avec cette mesure est typiquement de quelques  $\mu\text{m}^2$  et la puissance utilisée est de 0,6 mW pour éviter de détériorer la couche analysée.
- iii) Spectroscopie FTIR avec une surface de zone sondée de quelques  $\text{mm}^2$ .
- iv) Topographie AFM en mode contact pour l'étude de l'influence de la disposition magnétique des sources élémentaires.

### 1.6.1. Influence de la disposition magnétique des sources sur l'uniformité des paramètres plasma et sur les dépôts DLC

#### *Uniformité des paramètres plasma selon la disposition magnétique des sources*

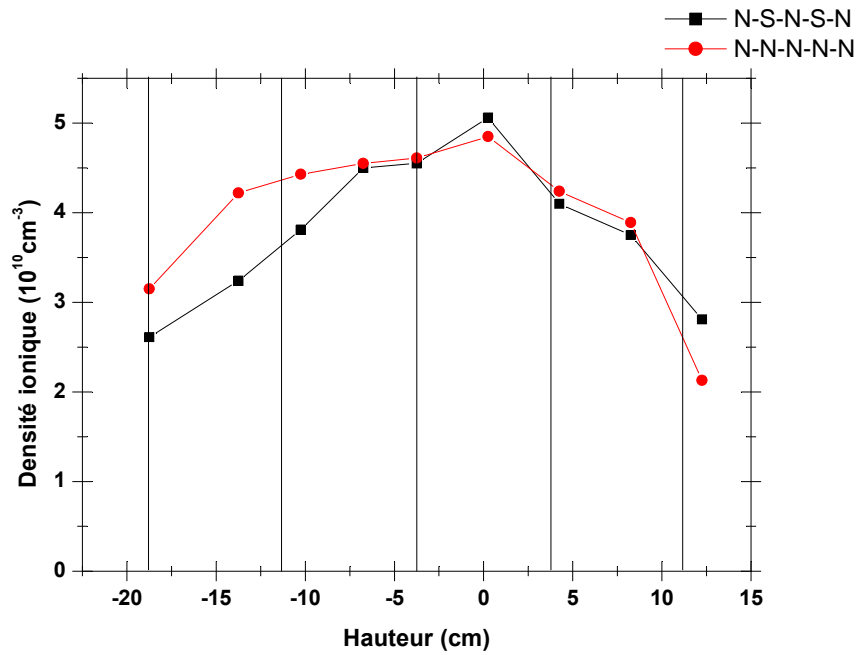
Pour cette étude, la disposition utilisée est constituée d'une ligne de 5 voies avec un entraxe de 75 mm (Fig. 1.15) [22].



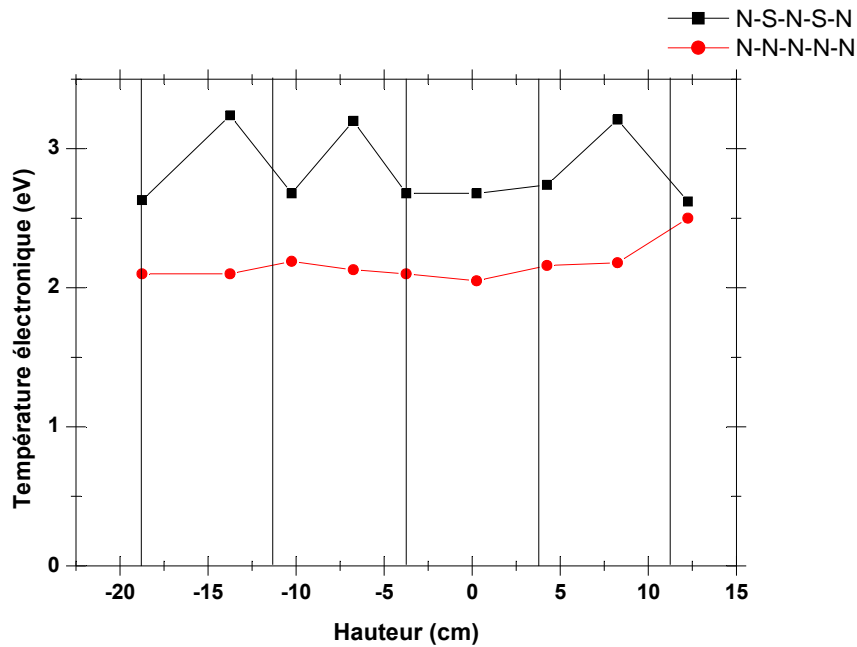
**Figure 1.15 :** Représentation schématisée des deux dispositions magnétiques utilisées : gauche) polarités alternées (N-S-N-S-N) ; droite) mêmes polarités (N-N-N-N-N).

Cette série de mesures a été réalisée avec une puissance incidente de 250 W (50 W par applicateur) et une pression d'argon d'environ  $4 \times 10^{-3}$  mbar, à une distance de 6 cm des extrémités des aimants. L'origine de la hauteur est prise au milieu des sources dipolaires et les valeurs positives qui apparaissent sur les résultats correspondent aux positions situées au dessous de l'origine. Les traits verticaux présents sur les Figs. 1.16 et 1.17 correspondent à la position des sources micro-onde.

Ainsi, quelle que soit la configuration, les valeurs de la densité ionique sont similaires. De plus, on remarque que la densité chute plus fortement du côté du réacteur où une source est absente. Concernant l'évolution de la température électronique, on remarque qu'avec des aimants de polarités alternées la température électronique fluctue puisqu'elle est maximale entre deux aimants consécutifs et est minimale face à un aimant. En revanche, avec des aimants de mêmes polarités, la température électronique est constante (à la précision de mesure près). Les valeurs de la température sont moins importantes avec des aimants de mêmes polarités.

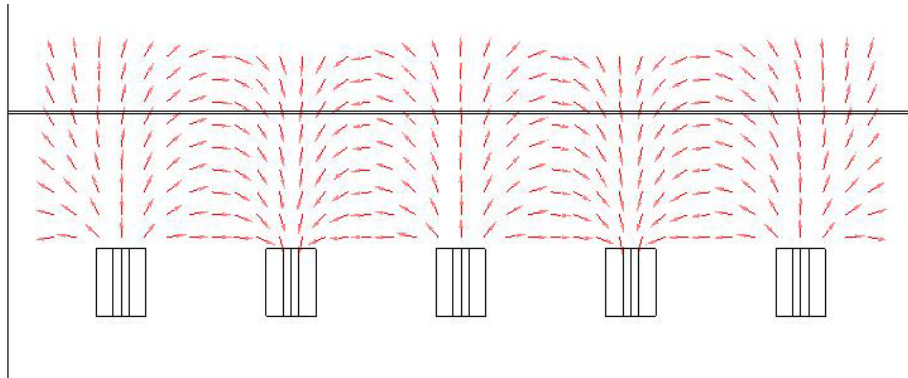


**Figure 1.16 :** Évolution de la densité ionique selon la disposition magnétique des sources à 6 cm des extrémités des aimants (puissance 250 W, pression argon  $4 \times 10^{-3}$  mbar).

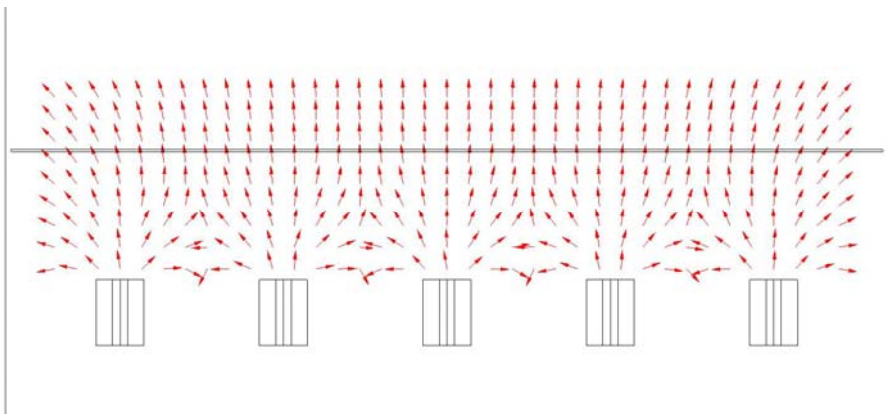


**Figure 1.17 :** Évolution de la température électronique selon la disposition magnétique des sources à 6 cm des extrémités des aimants (puissance 250 W, pression argon  $4 \times 10^{-3}$  mbar).

Cette différence de comportement s'explique par la configuration spatiale du champ magnétique créé par les aimants (Figs. 1.18 et 1.19). En effet, la configuration des lignes de champ magnétique entre deux aimants de polarités opposées permet de piéger les électrons les plus énergétiques du plasma qui effectuent alors plusieurs allers-retours entre deux aimants successifs (si on se limite au mouvement des particules chargées dans le plan 2D représenté sur les figures). C'est pourquoi la densité ionique et la température électronique sont renforcées entre deux aimants de polarités alternées et non entre deux aimants de mêmes polarités. En effet, on remarque que les lignes de champ sont toutes normales et rectilignes dans le cas des aimants de mêmes polarités.



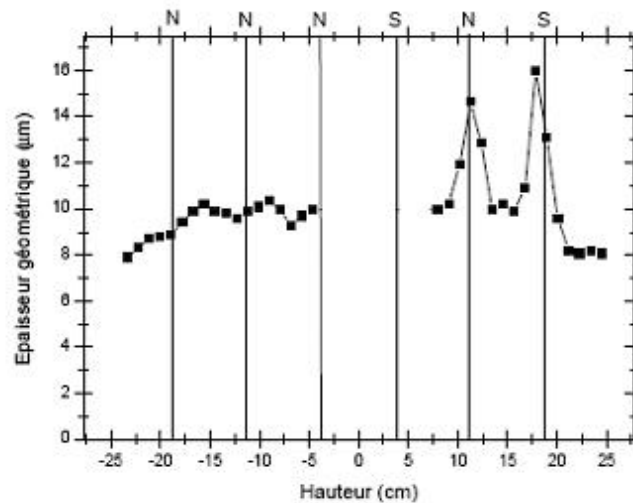
**Figure 1.18 :** Configuration des lignes de champ magnétique avec des aimants de polarités alternées (COMSOL).



**Figure 1.19 :** Configuration des lignes de champ magnétique avec des aimants de mêmes polarités (COMSOL).

**Uniformité des dépôts DLC selon la disposition magnétique des sources**

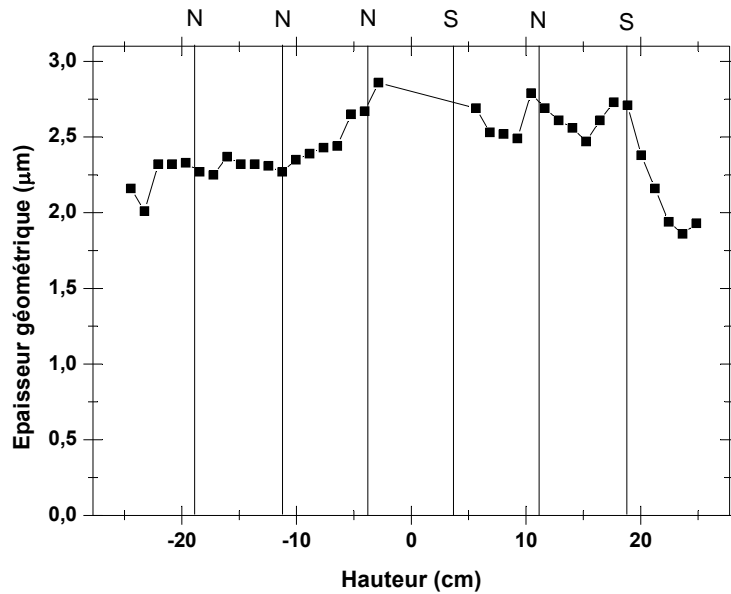
Dans le but de savoir quelle est l'influence des non uniformités de la densité ionique et de la température électronique sur l'épaisseur du DLC déposé, des dépôts ont été réalisés en statique (substrat immobile face à la source) sur une barre d'acier inox non magnétique placée à 6 cm des sources. La disposition magnétique utilisée lors des dépôts est : N-N-N-S-N-S en partant du haut du réacteur.



**Figure 1.20 :** Évolution suivant la hauteur de l'épaisseur de DLC déposé en mode statique (puissance 275 W, pression 4,5 mTorr, potentiel DC pulsé sur les pièces de - 380 V).

La Fig. 1.20 montre l'évolution de l'épaisseur suivant la hauteur en mode statique. On peut constater que l'on a une forte non uniformité des dépôts dans la zone des aimants de polarités alternées corrélée aux variations de température électronique observées précédemment. On observe également des variations d'épaisseur dans la zone des aimants de mêmes polarités, celles-ci s'expliquant par le fait que la création du plasma n'est pas continue suivant la hauteur. Néanmoins, comme expliqué dans l'introduction de ce paragraphe, le fait de réaliser des dépôts en dynamique permet d'uniformiser le dépôt suivant la hauteur. Afin de visualiser l'influence de la rotation planétaire des pièces, un dépôt a été réalisé dans les mêmes conditions en mode dynamique (Fig. 1.21). Les défauts d'uniformité observés en statique sont moins importants bien qu'ils soient toujours présents dans la zone des aimants à polarités alternées. La chute de vitesse de dépôt observée sur les deux dépôts vers le bas du réacteur est due à la présence du support tournant des substrats. Par conséquent, en mode dynamique, il n'y a pas de différence importante concernant l'uniformité des couches DLC selon la polarité des aimants.





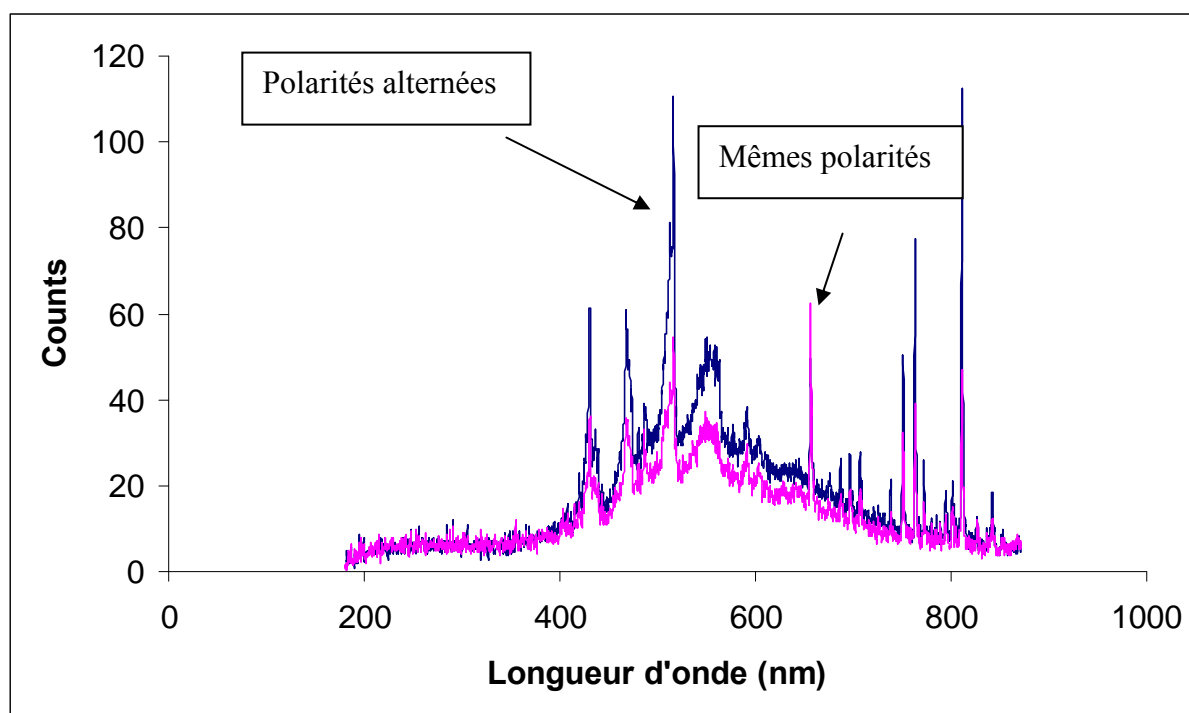
**Figure 1.21 :** Évolution suivant la hauteur de l'épaisseur de DLC déposé en mode dynamique (puissance 275 W, pression 4,5 mTorr, potentiel DC pulsé sur les pièces de - 380 V).

### **Propriétés des couches de DLC selon la disposition magnétique**

Une différence systématique des propriétés mécaniques des couches de carbone déposées par plasma micro-onde est observée en fonction de la disposition magnétique utilisée. Les propriétés des couches de carbone selon la disposition magnétique des sources sont typiquement les suivantes (avec les mêmes conditions de dépôt) :

- mêmes polarités : dureté = 2100 Hv et module d'Young = 156 GPa (ép = 2,6 μm)
- polarités alternées : dureté = 2760 Hv et module d'Young = 199 GPa (ép = 2,6 μm)

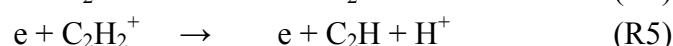
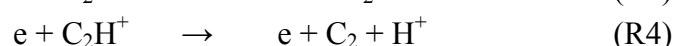
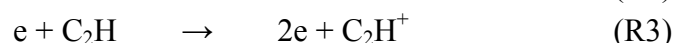
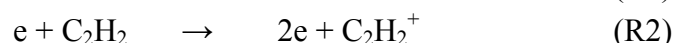
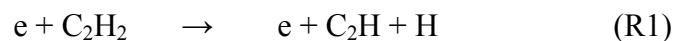
Les réactions chimiques dans le plasma étant étroitement liées aux paramètres électriques (température électronique et densité), les concentrations en espèces réactives (radicaux et ions) dans le plasma sont modifiées d'une configuration à l'autre. Deux mesures par spectroscopie d'émission ont alors été réalisées dans la zone située devant les sources micro-onde (seule mesure possible sur le réacteur) pour les deux dispositions polarités alternées et mêmes polarités (Fig. 1.22). Les conditions expérimentales sont les mêmes que celles utilisées lors des dépôts de DLC, soit une pression d'acétylène et d'argon de 4,5 mTorr (débit C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> de 155 sccm, débit d'argon de 7,5 sccm), une puissance micro-onde de 275 W, et un potentiel DC pulsé sur les pièces de - 380 V.



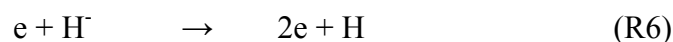
**Figure 1.22 :** Spectre d'émission du plasma selon la disposition des aimants (puissance 275 W, pression 4,5 mTorr, débit acétylène 155 sccm, débit argon 7,5 sccm).

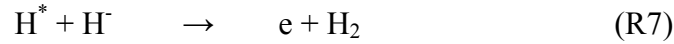
Les résultats montrent que les deux spectres ont toutes les raies d'émission en commun, mais que la majorité de ces raies est plus intense dans la disposition polarités alternées que dans la disposition mêmes polarités. Celles-ci correspondent aux raies d'émission de l'argon et des espèces carbonées dérivées de l'acétylène. Cette différence peut être expliquée par la plus forte température électronique observée en plasma d'argon avec les aimants de polarités alternées (Fig. 1.17). Néanmoins, la raie d'émission située à environ 656,4 nm est plus intense avec la disposition de mêmes polarités. La référence [23] montre que l'espèce concernée est bien l'hydrogène atomique. Le rapport entre l'intensité de la raie H (située à 656,4 nm) et celle de la raie argon (située à 805 nm) est de 0,44 en polarités alternées contre 1,33 en mêmes polarités. Ce phénomène peut s'expliquer par une différence dans les cinétiques de réactions mettant en jeu l'hydrogène.

Les réactions prédominantes [24-26] ayant lieu dans un plasma acétylène/argon sont :

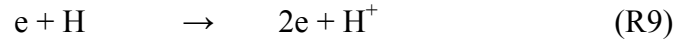


D'après les données de la littérature [23,27-32], les réactions efficaces mettant en jeu l'hydrogène atomique sont les suivantes:





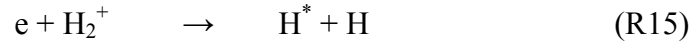
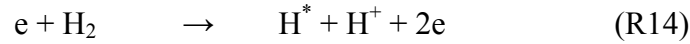
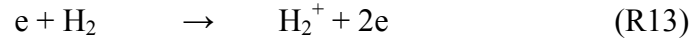
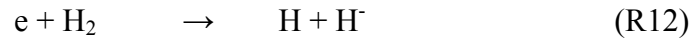
L'ionisation de l'hydrogène atomique nécessite une énergie de 13,6 eV.



L'hydrogène atomique possède 9 niveaux d'excitation atomiques avec des énergies seuils comprises entre 10 et 13,5 eV environ.



Il faut également tenir compte des mécanismes en volume incluant l'hydrogène moléculaire (R11-R15). Cet hydrogène moléculaire provient des mécanismes réactionnels sur les parois tels que la désorption associative.



En disposition *mêmes polarités*, la température électronique est d'environ 2,1 eV, alors qu'en disposition *polarités alternées*, elle est d'environ 3 eV (à 6 cm des sources micro-onde). Les valeurs des constantes de réactions pour ces deux températures électroniques sont représentées dans le Tableau IV. Elles ont été calculées à partir des publications citées dans le Tableau.

	Polarités alternées $k_{\text{pol alt}} (\text{cm}^3 \times \text{s}^{-1})$	Mêmes polarités $k_{\text{m pol}} (\text{cm}^3 \times \text{s}^{-1})$	$k_{\text{pol alt}} / k_{\text{m pol}}$
R1 [24]	$1,91 \times 10^{-11}$	$1,57 \times 10^{-10}$	8,22
R2 [25]	$9,19 \times 10^{-11}$	$6,25 \times 10^{-10}$	6,80
R3 [25]	$8,68 \times 10^{-11}$	$6,76 \times 10^{-10}$	7,79
R4 [26]	$6,12 \times 10^{-10}$	$1,79 \times 10^{-9}$	2,92
R5 [26]	$1,71 \times 10^{-10}$	$7,17 \times 10^{-10}$	4,19
R6 [27]	$1,28 \times 10^{-7}$	$2,64 \times 10^{-7}$	2,06
R7 [28]	$1,50 \times 10^{-8}$	$1,50 \times 10^{-8}$	1,00
R8 [29]	$5,00 \times 10^{-8}$	$5,00 \times 10^{-8}$	1,00
R9 [23]	$1,19 \times 10^{-11}$	$1,09 \times 10^{-10}$	9,16
R10 [23]	$6,28 \times 10^{-11}$	$3,62 \times 10^{-10}$	5,76
R11 [30]	$1,23 \times 10^{-10}$	$5,41 \times 10^{-10}$	4,40
R12 [31]	$1,33 \times 10^{-9}$	$2,09 \times 10^{-9}$	1,57
R13 [32]	$3,79 \times 10^{-12}$	$4,46 \times 10^{-11}$	11,77
R14 [32]	$3,48 \times 10^{-15}$	$1,48 \times 10^{-13}$	42,53
R15 [32]	$1,72 \times 10^{-8}$	$1,03 \times 10^{-8}$	0,6

**Tableau IV :** Valeurs des constantes de réaction selon la disposition magnétique et valeurs du rapport entre les deux constantes de réaction.

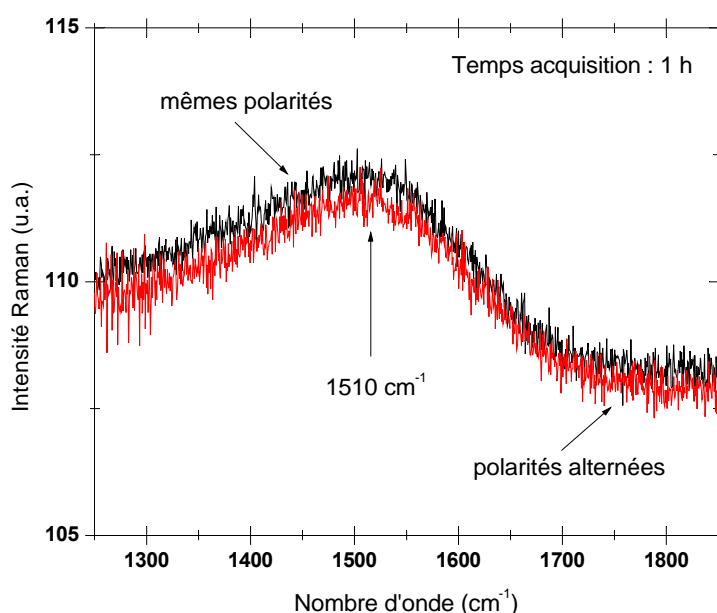
Les constantes de réaction qui augmentent le plus sont celles formant des ions  $H^+$  et  $H_2^+$ , et des états excités  $H^*$  (R9, R10, R13, R14), et celles des réactions impliquant l'acétylène et ses dérivés (R1 à R3). Naturellement, les constantes des réactions qui ne mettent pas en jeu des électrons (R7 et R8) n'évoluent pas d'une disposition de sources à l'autre. L'unique constante de réaction qui diminue est celle qui dissocie les ions  $H_2^+$  (R15).

D'après ces valeurs, on peut donc conclure que la production d'ions  $H^+$  et  $H_2^+$  ainsi que la production d'états excités  $H^*$  augmente fortement lorsque  $T_e$  augmente. Les états excités  $H^*$  réagissent très efficacement avec l'hydrogène atomique (réaction R7) pour produire de l'hydrogène moléculaire.

Par conséquent, lorsque la température augmente avec le changement de la disposition magnétique des sources de mêmes polarités à polarités alternées, les concentrations en ions  $H^+$  et  $H_2^+$ , et en hydrogène moléculaire augmente. Il est néanmoins probable que ce ne soit pas la seule modification dans la phase gazeuse du plasma. En effet, les cinétiques entre neutres non détectables par la spectroscopie d'émission optique peuvent être également fortement modifiées indirectement par le changement de température électronique.

Des caractérisations complémentaires des couches de DLC déposées avec les deux dispositions magnétiques ont alors été effectuées afin de mettre en évidence une éventuelle différence. Pour cela, nous avons utilisé les techniques de caractérisation suivantes : spectroscopie Raman, spectroscopie FTIR et imagerie AFM.

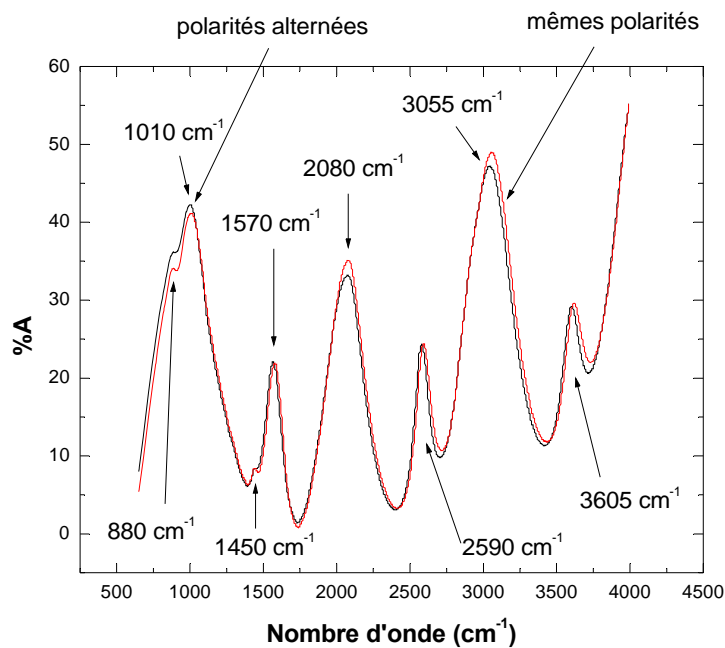
La spectroscopie Raman a été réalisée avec un laser monochromatique de longueur d'onde 633 nm. Avec cette longueur d'onde le carbone  $sp^2$  est de 50 à 75 fois plus sensible que le carbone  $sp^3$  en raison de phénomènes de résonance [33].



**Figure 1.23 :** Spectre Raman des couches de carbone selon la disposition magnétique des sources.

Sur la Fig. 1.23, le pic situé à  $1510\text{ cm}^{-1}$  correspond au carbone de type  $\text{sp}^2$ . Ainsi d'après cette première mesure, on ne peut observer aucune différence de nature chimique entre les deux types de couches déposées.

Une autre analyse chimique a été effectuée par spectroscopie IR, technique qui révèle les liaisons chimiques entre atomes. La longueur d'onde de vibration de ces liaisons va dépendre du mode de vibration, de la nature des deux atomes considérés, et de leur environnement chimique. Les informations obtenues restent relativement partielles car la réponse des atomes de carbone dépend de la quantité d'hydrogène présente dans leur environnement. Il n'est donc pas possible d'évaluer rigoureusement le rapport entre les hybridations  $\text{sp}^2$  et  $\text{sp}^3$ , de même que l'évaluation de la teneur en hydrogène du film en raison de la présence d'hydrogène actif [34]. Contrairement à la spectroscopie Raman, la spectroscopie FTIR est également sensible à la sous-couche de a:SiCH, à la couche d' $\text{H}_2\text{O}$  présente sur la surface de l'échantillon et à l'oxydation de la couche lors de la mise à l'air (cette mesure a été réalisée environ deux semaines après le dépôt).

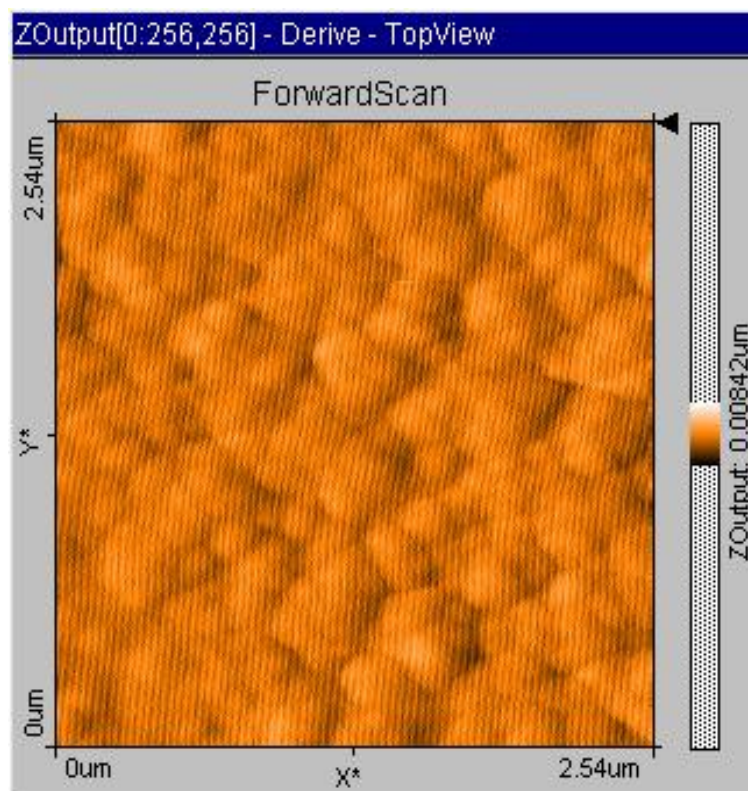


**Figure 1.24 :** Spectroscopie FTIR des couches de carbone selon la disposition magnétique des sources.

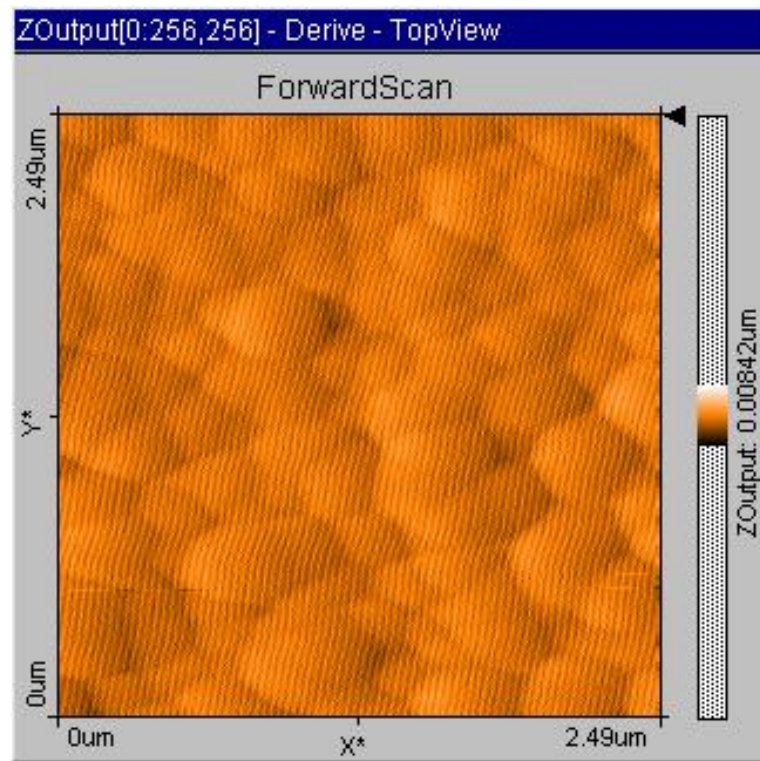
Identification des pics d'absorption présents sur la Fig. 1.24 [35] :

- 880  $\text{cm}^{-1}$  : vibration des liaisons Si-CH<sub>3</sub> (intense)
- 1010  $\text{cm}^{-1}$  : étirement des liaisons Si-C (intense)
- 1450  $\text{cm}^{-1}$  : vibration des liaisons C-(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (intensité très faible)
- 1570  $\text{cm}^{-1}$  : vibration des liaisons sp<sup>2</sup>-C=C (intensité moyenne)
- 2080  $\text{cm}^{-1}$  : étirement des liaisons Si-H (intense)
- 2590  $\text{cm}^{-1}$  : vibration des liaisons H-C=O (intensité moyenne, provient de l'oxydation de la couche)
- 3055  $\text{cm}^{-1}$  : étirement symétrique des liaisons sp<sup>2</sup>-CH (intense)
- 3605  $\text{cm}^{-1}$  : vibration des liaisons O-H (intensité moyenne, provient de la présence de l'eau à la surface)

Comme on peut le constater sur la Fig.1.24, cette mesure ne permet pas de détecter une différence dans la composition chimique entre les deux types de couches déposées. Les spectroscopies Raman et FTIR n'ont permis de visualiser aucune différence de composition chimique dans les deux types de couches déposées. Ainsi, l'hypothèse selon laquelle la différence de dureté des couches s'expliquerait par une structure chimique du matériau différente ne semble plus être la plus probable. Une analyse AFM des deux couches a alors été effectuée afin de déterminer si il y avait une différence de densité observable (Figs. 1.25 et 1.26).



**Figure 1.25 :** Topographie AFM de la couche déposée selon la disposition magnétique mêmes polarités.



**Figure 1.26 :** *Topographie AFM de la couche déposée selon la disposition magnétique polarités alternées.*

Ces deux figures montrent que la taille des îlots est en moyenne plus importante sur la surface d'une couche de carbone déposée en polarités alternées qu'en mêmes polarités. Sur une moyenne de 10 îlots, le diamètre selon la configuration magnétique est :

- mêmes polarités : 96 nm
- polarités alternées : 400 nm

Ce diamètre étant étroitement lié au déplacement d'espèces en surface pendant le dépôt, cette diffusion induite, en partie, par le bombardement ionique est plus importante dans la disposition polarités alternées. Par conséquent, ces différentes spectroscopies soutiennent l'hypothèse selon laquelle la différence de dureté systématique observée entre les couches déposées en configuration polarités alternées et en configuration mêmes polarités serait due à une différence de densité de la couche déposée, sans que la nature chimique de cette dernière soit substantiellement modifiée. La différence de densité pourrait être induite à la fois par des espèces réactives neutres différentes et par des concentrations en ions ( $H^+$ ,  $H_2^+$ ) différentes.

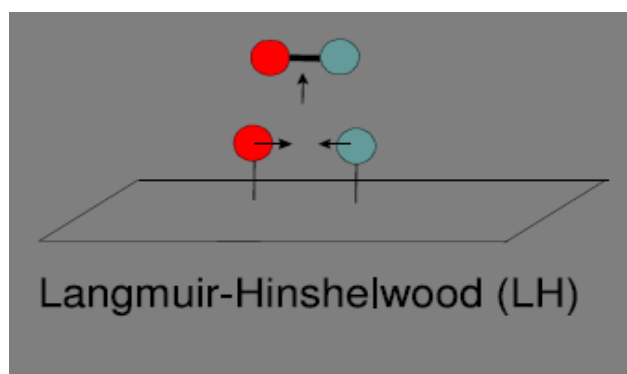


### 1.6.2. Influence de l'ajout d'hydrogène sur les propriétés des couches DLC

T. Heitz [36] a démontré que la fraction de carbone de type  $sp^3$  augmente par rapport à la fraction de carbone de type  $sp^2$  dans les couches de type carbone amorphe hydrogéné lorsque la couche en cours de dépôt est soumise à un flux d'hydrogène atomique de plus en plus important. En effet, la composition chimique de ce type de matériau est le résultat d'une compétition entre 2 phénomènes concurrents :

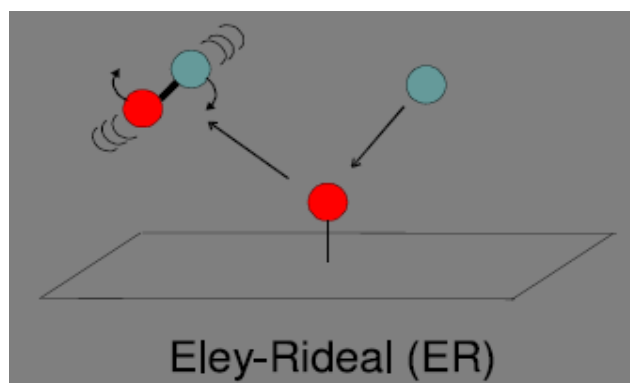
- i) Capture dans la couche d'un adatome d'hydrogène lors de sa diffusion sur la surface.
- ii) Désorption d'un hydrogène adsorbé par un des mécanismes suivants : Eley-Rideal (ER), Langmuir-Hinshelwood (LH), Hot Atom (HA).

Le principe de ces 3 mécanismes est illustré sur les Figs. 1.27 à 1.29. Les travaux actuels de la recherche fondamentale visent à connaître les sections efficaces de ces trois réactions en fonction de la température, de la nature du substrat, mais de nombreuses difficultés restent à résoudre : influence du bombardement ionique, influence des photons venant du plasma, influence de la température de surface (vibration des adatoms) [37-39]. La désorption de l'hydrogène par les trois mécanismes cités dépend de la quantité d'hydrogène atomique qui arrive sur la surface et donc du gaz précurseur utilisé. Avec du  $CH_4$ , les radicaux sont principalement sous la forme  $CH_2$  et  $CH_3$ . Ainsi, on a deux ou trois atomes d'hydrogène par atome de carbone à faire désorber par les mécanismes présentés ci-dessus. Avec du  $C_2H_2$ , les radicaux sont principalement sous la forme  $C_2H$  (voire  $C_2$ ). Ce qui ne fait plus que 0,5 atome d'hydrogène par atome de carbone. L'ajout d'hydrogène moléculaire comporte toutefois des inconvénients puisque la quantité d'hydrogène adsorbé à la surface augmentera avec le débit de  $H_2$  par une adsorption dissociative de  $H_2$  sur la surface si le taux de recouvrement de celle-ci est inférieur à 0,5, ou par une simple adsorption d'un H. La probabilité de capture de l'hydrogène dans le matériau se retrouvera alors plus importante. La référence [40] évoque un plasma comprenant de l'argon, de l'hydrogène moléculaire et 2 % de  $CH_4$  (par rapport au  $H_2$ ) comme gaz précurseur pour obtenir des couches de carbone comprenant une fraction de  $sp^3$  significative. Les procédés actuels permettant de synthétiser les couches de DLC dans les réacteurs industriels de HEF utilisent uniquement l'argon et l'acétylène comme gaz précurseur du carbone. Le rôle de l'argon est de diminuer la rugosité de surface des couches déposées [41,42]. Ainsi, des tests de dépôt ont été réalisés en augmentant progressivement le débit d'hydrogène par rapport au débit d'acétylène afin de valider ou non l'intérêt de l'ajout de  $H_2$  en plus des gaz précurseurs habituellement utilisés pour les applications développées à HEF.

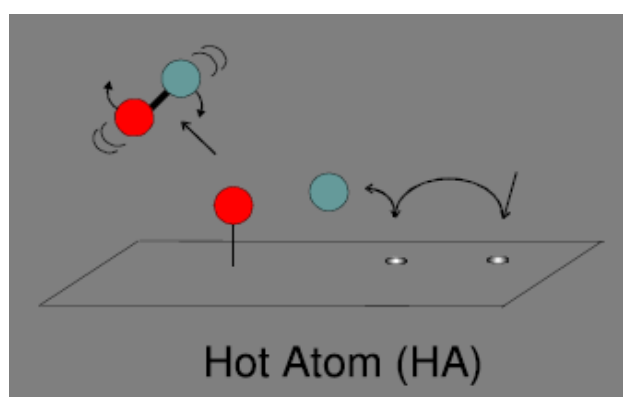


**Figure 1.27 :** Formation de  $H_2$  par désorption associative de deux adatoms H (mécanisme de Langmuir – Hinshelwood).





**Figure 1.28 :** Désorption de  $H_2$  induite par la réaction d'un adatome  $H$  avec un atome de  $H$  venant du plasma (mécanisme de Eley – Rideal).

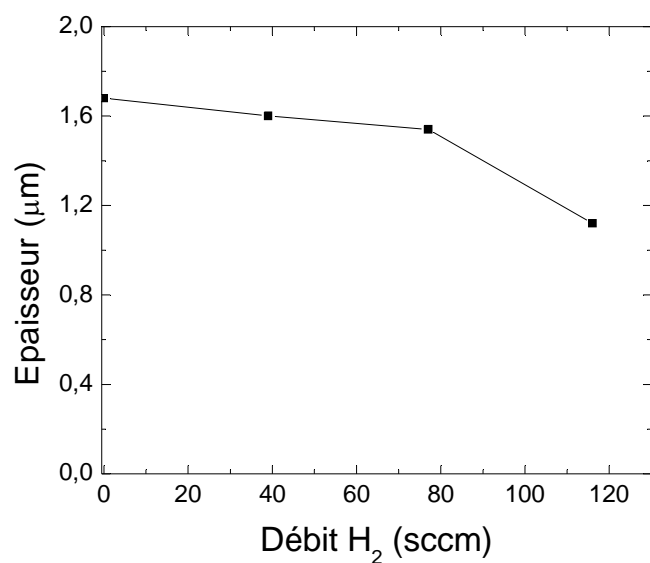


**Figure 1.29 :** Désorption de  $H_2$  induite par adsorption – diffusion – réaction d'un adatome  $H$  chaud.

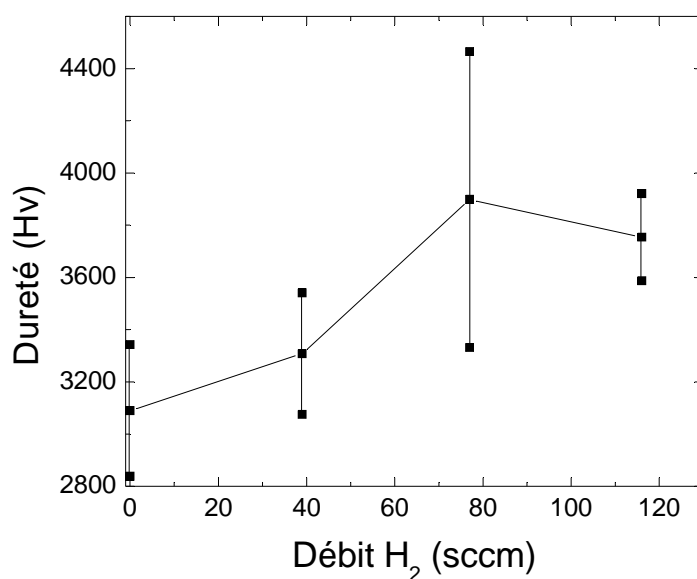
Dans cette série de tests, le débit d'acétylène est fixé à 77 sccm (standard  $\text{cm}^3/\text{min}$ ) et le débit d'hydrogène varie entre 0 sccm et 116 sccm. Tous les autres paramètres restent constants, tels que le potentiel DC pulsé appliqué sur les pièces et la puissance micro-onde appliquée. La pression de travail varie avec le débit d'hydrogène entre 1,5 et  $5 \times 10^{-3}$  mbar.

Les résultats des dépôts en épaisseur, dureté et module d'Young (Annexe C), présentés sur les Figs. 1.30 à 1.32, montrent que la vitesse de dépôt décroît linéairement en fonction du débit d'hydrogène injecté entre 0 et 77 sccm de  $H_2$ , puis décroît plus rapidement à partir de cette dernière valeur jusqu'à un débit de 200 sccm de  $H_2$ , pour une vitesse de dépôt de la couche de carbone quasiment nulle. Ces résultats montrent qu'il y a une gravure chimique qui se produit simultanément au dépôt de carbone, induite par l'ajout d'hydrogène dans le plasma. On observe une montée progressive de la dureté de la couche de carbone (de 3100 à 3900 Hv) lorsque le débit d'hydrogène utilisé augmente. Le point mesuré à 77 sccm d'hydrogène présente une incertitude de mesure plus importante que les autres points mesurés, ceci peut expliquer en partie la décroissance entre 77 et 116 sccm de débit de  $H_2$ . Cette chute de dureté pourrait également s'expliquer par le fait que, plus la couche de carbone diminue en épaisseur devant l'épaisseur de la sous couche de a-Si-CH utilisée pour l'adhérence, plus la mesure intègre cette sous-couche dont la dureté est d'environ 2000 Hv. L'évolution du module d'Young de la couche de carbone en fonction du débit d'hydrogène (Fig. 1.32) montre que

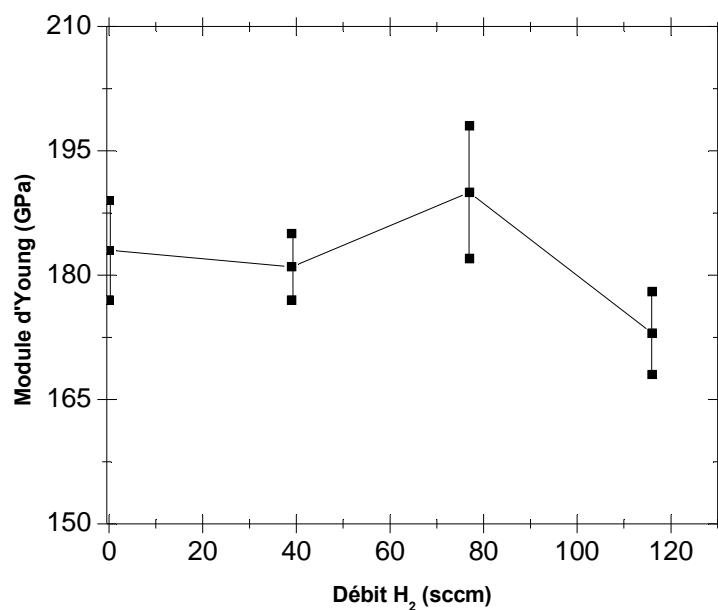
l'on a une légère augmentation lorsque le débit d'hydrogène évolue de 39 à 77 sccm mais cette augmentation n'est pas aussi importante que celle de la dureté (Fig. 1.31).



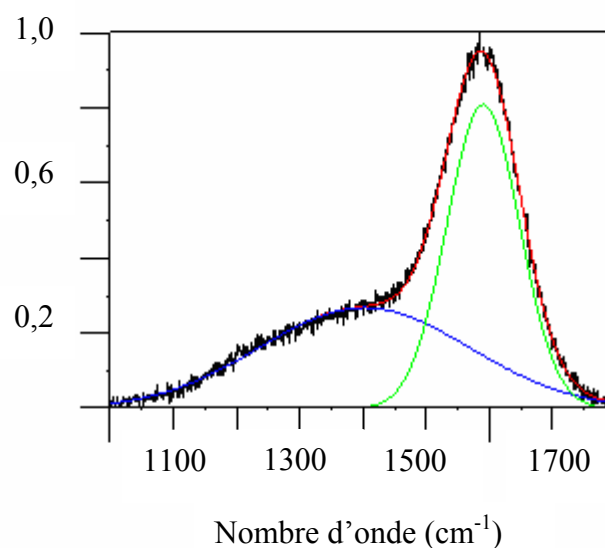
**Figure 1.30 :** Évolution de l'épaisseur des films de carbone en fonction du débit d'hydrogène (puissance 275 W, débit d'acétylène 77 sccm, potentiel DC pulsé sur les pièces de  $-380$  V).



**Figure 1.31 :** Évolution de la dureté des films de carbone en fonction du débit d'hydrogène (puissance 275 W, débit d'acétylène 77 sccm, potentiel DC pulsé sur les pièces de  $-380$  V).



**Figure 1.32 :** Évolution du module d'Young des films de carbone en fonction du débit d'hydrogène (puissance 275 W, débit d'acétylène 77 sccm, potentiel DC pulsé sur les pièces de – 380 V).



**Figure 1.33 :** Spectre Raman UV des couches de carbone.

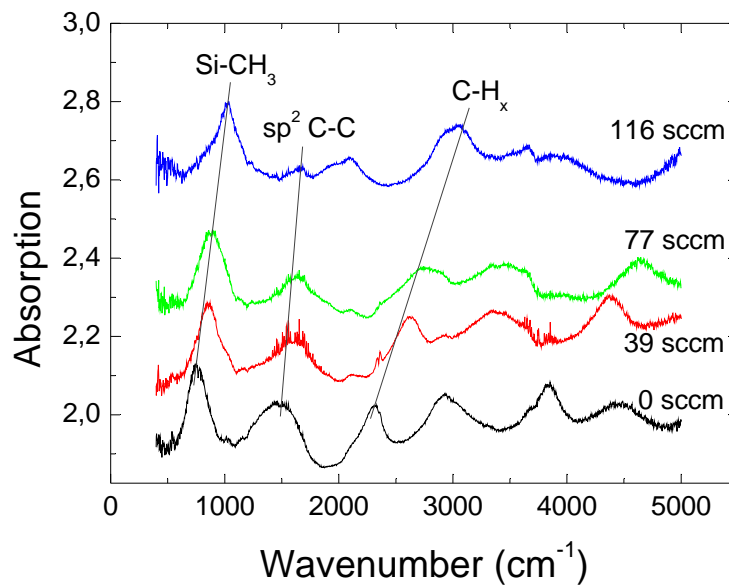
Quel que soit le débit d'hydrogène utilisé, le spectre Raman UV 325 nm se présente sous la forme décrite sur la Fig. 1.33. Les valeurs des positions des pics G et D, ainsi que le rapport

$I_G / I_D$  sont résumés dans le Tableau V. La différence entre les échantillons analysés par le Raman UV est quasiment nulle et ne permet pas de conclure sur l'évolution de la dureté en fonction du débit d'hydrogène utilisé.

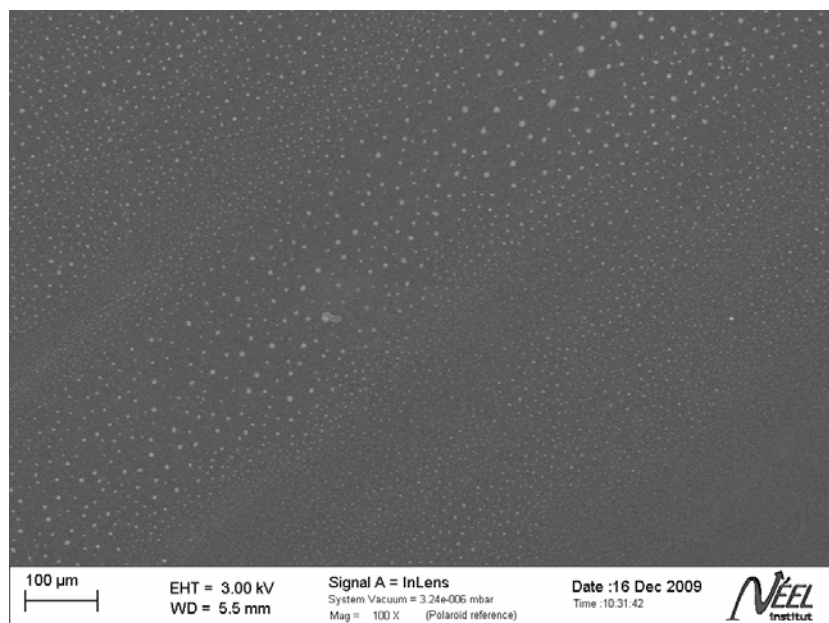
Débit $H_2$ (sccm)	Position pic G ( $cm^{-1}$ )	Position pic D ( $cm^{-1}$ )	$I_G / I_D$
0	1589,81	1414,53	0,40
39	1589,31	1404,44	0,37
77	1588,45	1404,81	0,40
116	1587,29	1405,13	0,45

**Tableau V :** Positions des pics G et D et valeurs du rapport entre les deux pics pour les différentes couches de carbone obtenues en fonction du débit de  $H_2$ .

Les mêmes échantillons ont aussi été caractérisés par FTIR (Fig. 1.34). Les signatures chimiques identifiées [33] et leurs évolutions en fonction du débit d'hydrogène montrent que les liaisons de type  $sp^2$  C-C diminuent, et que la signature des carbones liés à l'hydrogène s'élargit de plus en plus lorsque le débit d'hydrogène augmente. Ceci est caractéristique d'une augmentation du rapport  $sp^3$  C-H /  $sp^2$  C-H. La signature des liaisons Si-CH<sub>3</sub>, correspondant à la sous-couche de a-Si-CH, reste inchangée. Il est néanmoins impossible de déterminer rigoureusement le rapport entre les hybridations  $sp^2$  et  $sp^3$  avec cette technique de caractérisation puisque l'absorption par les liaisons C-H dépend fortement de la structure du film et de la concentration en hydrogène.



**Figure 1.34 :** Spectres FTIR des dépôts de carbone obtenus en fonction du débit de  $H_2$ .

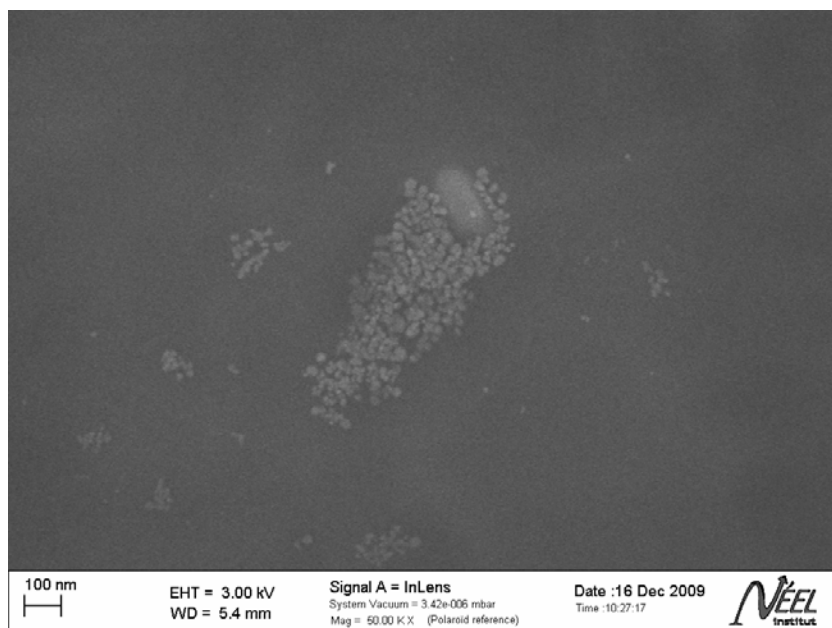


**Figure 1.35 :** Image MEB d'un dépôt de carbone (débit  $H_2$  : 77 sccm).



**Figure 1.36 :** Image MEB d'un dépôt de carbone (débit  $H_2$  : 0 sccm).

Des analyses au MEB ont été réalisées afin d'observer une éventuelle différence en surface selon le débit d'hydrogène utilisé (Figs. 1.35 et 1.36). Celles-ci mettent en évidence une différence entre les deux échantillons analysés puisqu'on peut observer des tâches blanches régulières sur la surface du matériau synthétisé avec un débit d'hydrogène de 77 sccm, contrairement au matériau déposé sans ajout d'hydrogène, aux défauts de surface près. Les diamètres des tâches varient typiquement entre 2  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$ , la distance moyenne entre celles-ci étant supérieure à 10  $\mu\text{m}$ . Un agrandissement a été réalisé sur une tâche présente sur le dépôt réalisé avec 77 sccm d'hydrogène (Fig. 1.37).



*Figure 1.37 : Image MEB d'une tâche présente sur un dépôt de carbone effectué avec un débit de  $H_2$  de 77 sccm.*

Ainsi, on peut observer que les taches semblent être composées de nano-structures. Il est à noter que la différence entre les deux analyses peut provenir de la surface de la zone sondée puisqu'elle était de quelques  $\mu m^2$  avec le Raman et de quelques  $mm^2$  avec le FTIR, ainsi que de la profondeur d'analyse qui est de quelques  $\mu m$  avec le FTIR et de l'ordre de plusieurs dizaines de nm avec le Raman.

Des analyses par diffraction de rayons X en incidence rasante ont été réalisées pour identifier la nature de ces nano-structures. Les résultats obtenus n'ont pas permis de conclure car les signatures chimiques des carbones de type  $sp^2$  et  $sp^3$  sont noyées dans celle de l'acier du substrat.

Les tests de dépôt DLC effectués, qui consistent à ajouter de l'hydrogène moléculaire au mélange de gaz habituellement utilisé ont montré une légère modification des propriétés mécaniques des couches de carbone. Toutefois, afin de déterminer la corrélation entre les propriétés mécaniques et la nature chimique des couches, des mesures complémentaires sont nécessaires. De plus, les épaisseurs des couches de carbone obtenues lors de ces tests étaient trop faibles pour être exploitables dans le cas des applications développées par HEF, il est donc nécessaire d'effectuer des dépôts avec une épaisseur de l'ordre de  $3 \mu m$  avec ajout d'hydrogène moléculaire et de vérifier l'évolution des propriétés mécaniques des couches de carbone pour des épaisseurs de l'ordre de quelques  $\mu m$ .

## 1.7. Conclusions sur le chapitre

Après une présentation du principe de fonctionnement de la première génération de sources plasma micro-onde, et de leurs avantages pour les procédés industriels, les éléments exposés dans ce chapitre ont permis de montrer les points suivants :

- i) Le nombre de sources plasma micro-onde utile pour obtenir la meilleure uniformité des dépôts DLC est limité par les dimensions géométriques des réacteurs.

- ii) Les modifications effectuées sur ces sources plasma afin de limiter les problèmes liés à la maintenance, soit le remplacement du quartz par de l'alumine pour la fenêtre diélectrique et l'installation de protections vis-à-vis du dépôt, n'ont pas détériorer les propriétés mécaniques des dépôts DLC. Ce point a montré que la technologie issue des travaux du CRPMN (équipe Plasmas-Matériaux-Nanostructures du LPSC) est transposable, avec des ajustements simples et rapides, dans des procédés industriels.
- iii) La disposition magnétique des sources, mêmes polarités et polarités alternées, a une influence sur l'uniformité des dépôts ainsi que sur les propriétés mécaniques des couches déposées.
- iv) L'ajout d'hydrogène moléculaire en plus des gaz précurseurs habituellement utilisés a démontré une légère influence sur les couches DLC en termes de propriétés mécaniques. Toutefois la démonstration de la corrélation entre ces propriétés et la nature chimique de la couche reste incomplète, et il est nécessaire de poursuivre cette étude avec des épaisseurs de couche plus importantes afin de valider ou non l'intérêt de l'ajout de  $H_2$  pour les applications développées par HEF.

# **Étude d'une source micro-onde de génération 2**



## 2. Étude d'une source micro-onde de génération 2

### 2.1. Introduction

Une deuxième génération de source élémentaire a été conçue pour corriger les limitations des sources élémentaires standard dues à ses faibles dimensions géométriques. En effet, la première génération de sources élémentaires, telle que décrite dans le Chapitre 1, présente des difficultés imputables à leur taille.

Le circuit de refroidissement, reliant l'arrière du guide d'onde à l'aimant, comporte des dimensions géométriques réduites (de l'ordre de 2 mm de diamètre), ce qui rend la conception mécanique délicate à réaliser puisqu'il est essentiel d'assurer une étanchéité parfaite du circuit d'eau par rapport au vide et à l'applicateur coaxial. Des problèmes récurrents de maintenance ont été observés sur certaines sources dus à une mauvaise circulation de l'eau (débit faible inférieur à 3 l/min), ce qui peut entraîner une dégradation du champ magnétique produit par l'aimant lorsque la température de Curie est atteinte.

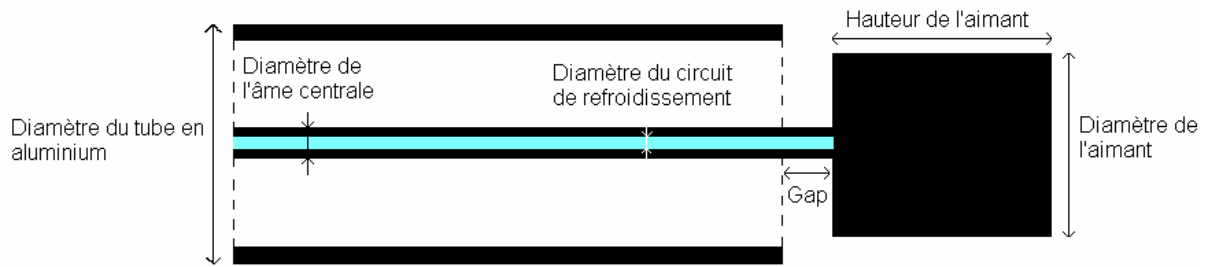
Après la présentation de la conception mécanique de la source de génération 2, dans la Section 2.2, et la description de la méthode utilisée pour mesurer les paramètres plasma avec une sonde de Langmuir dans la Section 2.3, plusieurs mesures des paramètres électriques du plasma produit par cette source sont présentées dans la Section 2.4 afin de mettre en évidence leurs évolutions en fonction de la pression et de la puissance micro-onde. D'autres mesures avec une sonde de Langmuir sont ensuite présentées dans la Section 2.5 afin de comparer les performances d'une source élémentaire standard avec celles d'une source de génération 2. L'effet de l'ajout d'une protection autour de l'aimant (pour protéger la source du dépôt) pendant les procédés industriels sur les paramètres électriques du plasma a ensuite été évalué dans la Section 2.6. Enfin nous mettrons en avant, dans la Section 2.7, une différence de comportement du plasma selon le réacteur dans lequel la source de génération 2 a été testée.

### 2.2. Conception mécanique de la source élémentaire de génération 2

La conception mécanique est similaire à celle d'une source élémentaire standard mais avec une homothétie qui conduit à des dimensions plus importantes de la structure coaxiale :

- i) Le diamètre du tube en aluminium faisant office de conducteur extérieur (Fig. 2.1) est de 48 mm au lieu de 28 mm pour une source élémentaire standard.
- ii) Les dimensions de l'aimant sont un diamètre de 40 mm et une hauteur de 45 mm, pour un diamètre de 25 mm et une hauteur de 30 mm pour une source élémentaire standard.
- iii) Le diamètre du circuit de refroidissement dans l'âme centrale est de 5 mm au lieu de 2 mm pour une source élémentaire standard.
- iv) L'épaisseur du gap (Fig. 2.1) reste inchangée, soit 3 mm dans les deux sources.

La Fig. 2.2 offre une comparaison visuelle entre une source élémentaire standard et une source élémentaire de deuxième génération.



*Figure 2.1 : Schéma de l'applicateur coaxial de génération 2.*



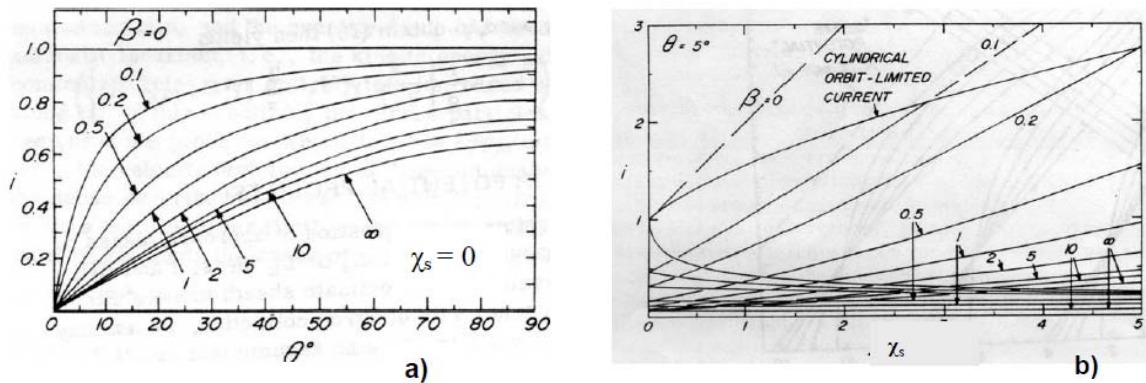
*Figure 2.2 : Photo comparant une source élémentaire standard (bas) et une source élémentaire de génération 2 (haut).*

### 2.3. Utilisation d'une sonde de Langmuir cylindrique sous champ magnétique

Les sondes de Langmuir cylindriques ont servi à la mesure de la température électronique et de la densité ionique du plasma. Bien que les basses pressions nécessaires au fonctionnement des plasmas RCE soient, a priori, favorables aux mesures par sonde du fait de l'absence de collision dans la gaine électrostatique, deux difficultés doivent pourtant être considérées : d'une part, la présence de champ magnétique et, d'autre part, l'existence d'une population d'électrons chauds en plus de la population des électrons froids (thermiques) du plasma.

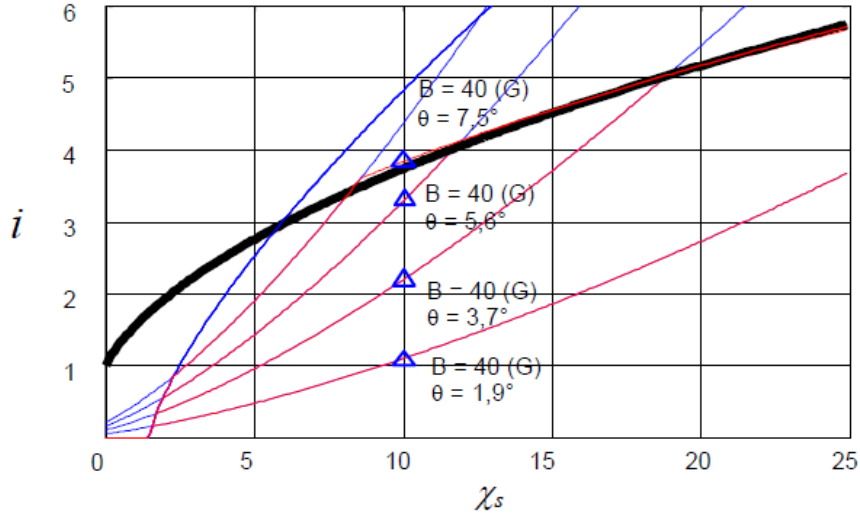
### 2.3.1. Caractéristiques de sonde en présence de champ magnétique

Pour corriger l'influence d'un champ magnétique sur des mesures de sonde électrostatique, il existe deux solutions : recalculer les coefficients de diffusion parallèle et perpendiculaire des particules par rapport à la sonde [43] ou calculer, grâce à des abaques, un terme correctif à appliquer au courant effectivement collecté [44]. Lors du déplacement de la sonde au voisinage de l'extrémité de la source dipolaire, l'orientation et l'intensité du champ magnétique  $\mathbf{B}$  sont extrêmement variables. Il a donc été nécessaire de corriger, en tenant compte de l'orientation relative du champ par rapport à la sonde et de son intensité, le courant de sonde collecté. Ainsi, Laframboise et al. [45] donnent des abaques du courant corrigé  $i$  en fonction de l'angle  $\theta$  (orientation de  $\mathbf{B}$  par rapport à l'axe de la sonde) et/ou du champ magnétique réduit  $\beta = r_s / r_L$  (rapport du rayon de sonde sur le rayon de Larmor). Les Figs. 2.3a et b suivantes représentent les variations du courant normalisé  $i$  ( $i = I / I_{th}$ ,  $I_{th}$  étant le courant induit par les électrons thermiques) en fonction de l'angle  $\theta$  ou du potentiel réduit  $\chi_s$  ( $\chi_s = q V_s / (kT_e)$ ). Ainsi, une fois ce rapport connu, il est possible (connaissant la température des électrons froids ou thermiques) d'estimer la densité d'ions ou d'électrons du plasma magnétisé.



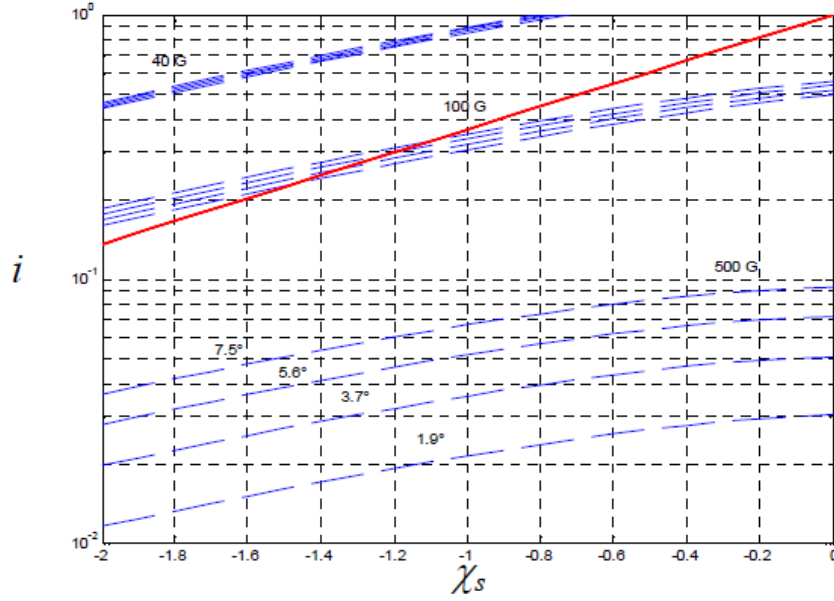
**Figure 2.3 :** *Abaques donnant les valeurs du courant normalisé  $i$  en fonction de  $\theta$  : a) au potentiel plasma; b) en fonction du potentiel de polarisation à  $\theta = 5^\circ$ .*

Ces abaques sont difficiles à exploiter pour plusieurs raisons. Pour des faibles angles, inférieurs à  $10^\circ$ , il apparaît difficile de déterminer avec précision, d'après la Fig. 2.3a la valeur de  $i$  pour les fortes valeurs de  $\beta$ . De même, les faisceaux de courbes donnant la valeur de  $i$  en fonction du potentiel de polarisation  $\chi_s$  sont valables pour une seule position angulaire, ici  $\theta = 5^\circ$ . Il a donc été nécessaire de recalculer ces abaques pour les valeurs de  $\beta$  et  $\theta$  correspondant à nos valeurs expérimentales. La Fig. 2.4 présente les résultats de ces calculs effectués pour différentes valeurs de  $\theta$  et du module  $B$  de champ magnétique [46].



**Figure 2.4 :** Variations du courant collecté normalisé  $i$ , par unité de longueur, en fonction du potentiel de polarisation réduit de la sonde  $\chi_s$  pour différentes valeurs de champ magnétique  $B$  et de l'angle d'inclinaison  $\theta$  entre la sonde et le champ  $\mathbf{B}$ .

Sur cette figure, nous avons reporté, ligne noire épaisse continue, le courant  $i$  en fonction de  $\chi_s$  issue de la théorie de collection orbitale OML. En effet, au-delà de ces valeurs, i.e. à un potentiel donné, lorsque  $i_{\text{calculé}} > i_{\text{OML}}$  les forces électrostatiques de collection des espèces chargées sont supérieures aux forces de confinement magnétiques. Dans ce cas, l'effet du champ magnétique devient donc négligeable. D'après les résultats présentés sur la Fig. 2.4, au-delà de  $\theta = 7,5^\circ$  pour une polarisation de la sonde  $\chi_s = 10$  V il n'y a plus de correction à appliquer aux courants collectés lorsque le module de  $\mathbf{B}$  est égale à 40 G. En effet, le triangle représentant la valeur de  $i$  à  $\chi_s = 10$  V est situé sur la courbe  $i_{\text{OML}}$ . Ainsi, pour les mesures de sondes de Langmuir, ces abaques recalculés en fonction de  $\beta$  et  $\theta$  ont permis de corriger les résultats obtenus. Ces corrections ont porté sur les valeurs des densités, qui sont proportionnelles aux courants collectés à un potentiel fixe. La Fig. 2.5 présente en diagramme semi-logarithmique les variations de  $i$  dans la zone répulsive pour les électrons, là où est mesurée la température électronique [46]. On constate que l'angle  $\theta$  n'a que peu d'influence sur la pente des droites, et la température électronique n'est donc pas affectée. Pour des forts champs magnétiques, supérieurs à 500 G, une inflexion apparaît au voisinage de  $V_p$  ( $\chi_s = 0$ ). Notre système d'analyse des courbes de sondes utilisant la partie linéaire des courbes  $I_s = f(V_s)$  au-delà de - 3 V, la température électronique ne sera donc pas affectée lors de ces mesures.



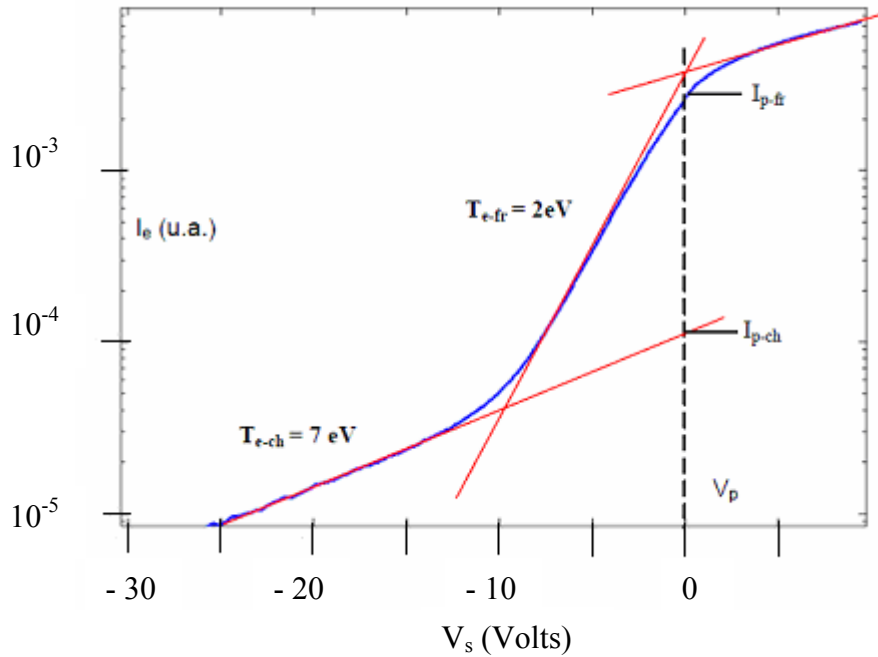
**Figure 2.5 :** Abaque représentant  $i$  en fonction de  $\chi_s < 0$ , cas des potentiels répulsifs.

La ligne rouge représente, comme sur la Fig. 2.4, la limite de prise en compte des forces magnétiques sur la répulsion des particules. Ici, elle représente  $i = \exp(\chi_s)$ . Trois faisceaux de courbes représentent des conditions où  $B = 40, 100$ , et  $500$  Gauss, pour les valeurs d'angle  $\theta$  suivantes :  $1,9^\circ$ ;  $3,7^\circ$ ;  $5,6^\circ$  et  $7,5^\circ$ .

### 2.3.2. Détection des électrons chauds

La production de plasma par couplage RCE génère des électrons chauds dans le plasma. Leur présence se signale par une dérive du potentiel flottant vers des valeurs plus négatives que celles observées classiquement. Toutefois ce décalage du potentiel flottant est souvent difficile à relier à une température. En effet, la densité de ces espèces plus chaudes reste faible. Sur la Fig. 2.6, représentation semi-log du courant électronique collecté au voisinage d'une source dipolaire, deux populations maxwelliennes distinctes sont présentes. Les températures moyennes de ces deux groupes d'électrons sont de 2 et 7 eV respectivement. En revanche, le rapport des densités des deux populations est de l'ordre de 25. Il est donc nécessaire d'utiliser un algorithme particulier pour l'analyse des courbes caractéristiques  $I_s(V_s)$  obtenues [47].

Pour estimer cette population d'électrons, un logiciel d'analyse de courbes  $I_s(V_s)$  a été développé au sein du CRPMN (équipe Plasmas-Matériaux-Nanostructures du LPSC). La Fig. 2.7 présente le résultat de l'analyse de la zone exponentielle d'une courbe  $I_s(V_s)$  expérimentale obtenue au voisinage du gap. Les courbes noires représentent la déconvolution de la courbe expérimentale verte en deux populations maxwelliennes de températures et densités différentes.



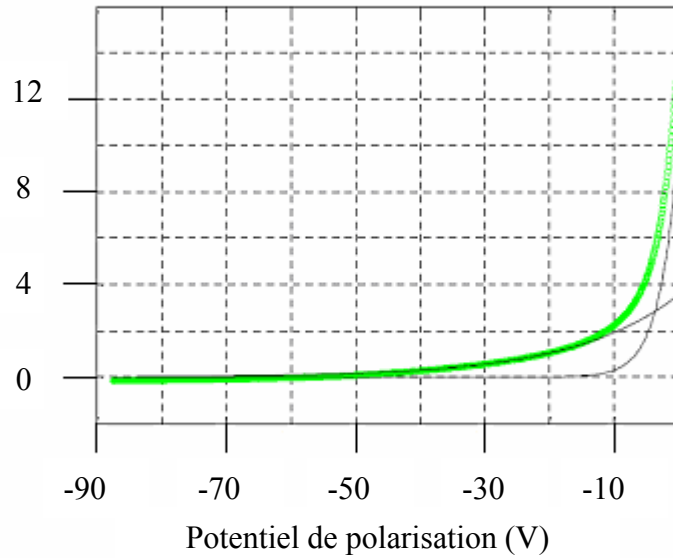
**Figure 2.6 :** Représentation semi-logarithme du courant électronique collecté  $I_e$  en fonction du potentiel  $V_s$  appliqué à la sonde cylindrique dans un plasma d'argon à 1 mTorr, puissance micro-onde 100 W. Dans ce cas, à la position de mesure, la FDEE est la somme de deux populations électroniques maxwelliennes distinctes (froide et chaude).

L'analyse de la courbe  $I_s(V_s)$  procède par étapes successives :

- i) Détermination de  $V_p$  et  $V_f$
- ii) Convergence non linéaire sur la zone exponentielle pour déterminer  $T_e$  et  $n_e$  (température et densité) des électrons froids et chauds.
- iii) Estimation de la densité ionique à  $V_p$  par utilisation du courant de Bohm, à  $T_e$  fixée.
- iv) Convergence non linéaire sur la zone de saturation ionique pour estimer la densité  $n_i$ , à  $T_e$  fixée.
- v) Estimation de la densité électronique  $n_e$ , par convergence non linéaire sur la branche de saturation électronique (si elle existe).
- vi) Le potentiel plasma est recalculé et les étapes précédentes de nouveau effectuées jusqu'à convergence sur une valeur de la densité ionique. Cet algorithme s'inspire de celui décrit par Hopkins et Graham [48].

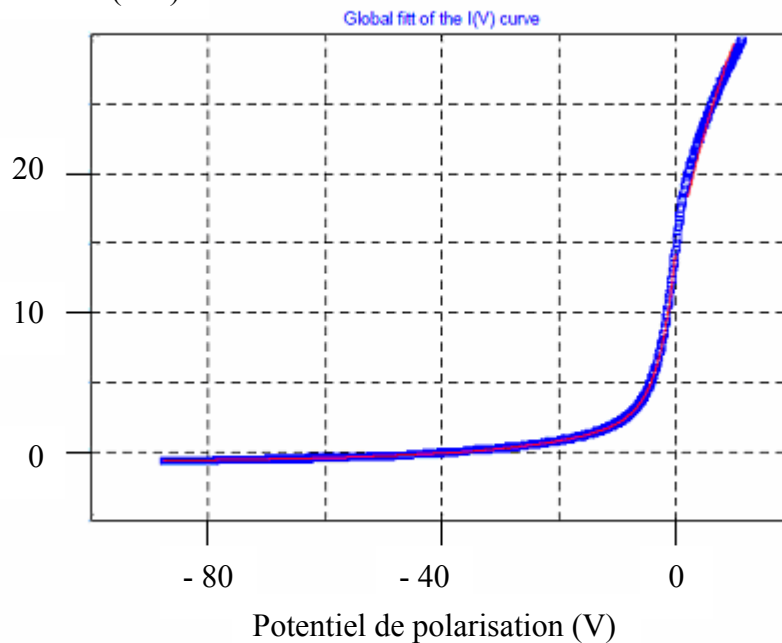
Les Figs. 2.8 et 2.9 présentent des résultats d'analyse de courbes  $I_s(V_s)$  pour deux cas distincts: présence et absence d'électrons chauds (respectivement première et deuxième courbe). Dans les deux cas, la convergence finale du modèle, trait rouge, est très similaire à l'allure de la courbe expérimentale en trait bleu sur la partie correspondante à la densité ionique et sur la zone exponentielle. En revanche la Fig. 2.9 montre qu'il peut être difficile d'estimer précisément la densité électronique.

Courant collecté (mA)

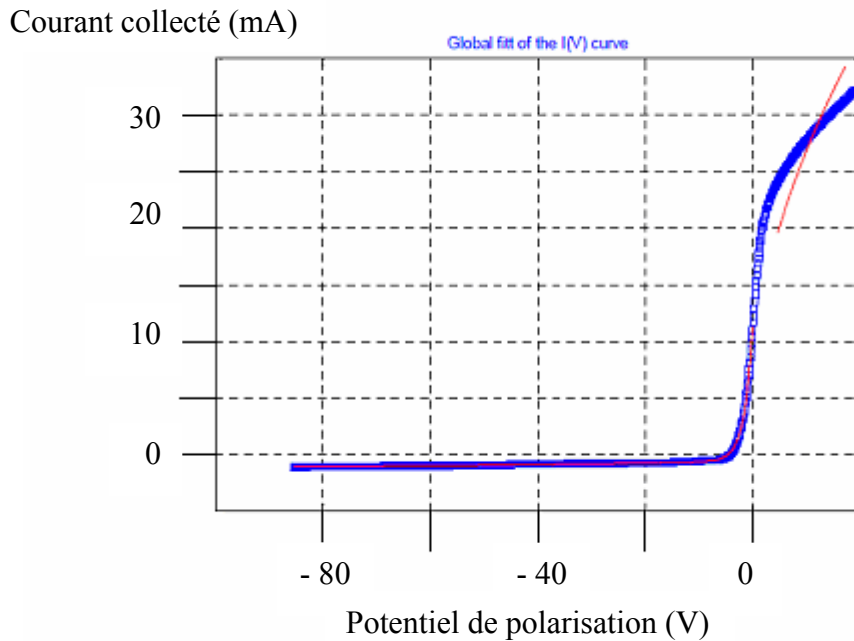


**Figure 2.7 :** Analyse de la zone exponentielle d'une courbe  $I_s(V_s)$  pour laquelle le potentiel flottant  $V_f$  est très négatif (présence d'électrons chauds). Les cercles verts représentent la mesure et les courbes noires la déconvolution en deux distributions maxwelliennes.

Courant collecté (mA)



**Figure 2.8 :** Résultat de l'ajustement du modèle à deux températures maxwelliennes (rouge) sur la courbe expérimentale filtrée (bleue) pour une mesure réalisée dans une zone plasma riche en électrons chauds.



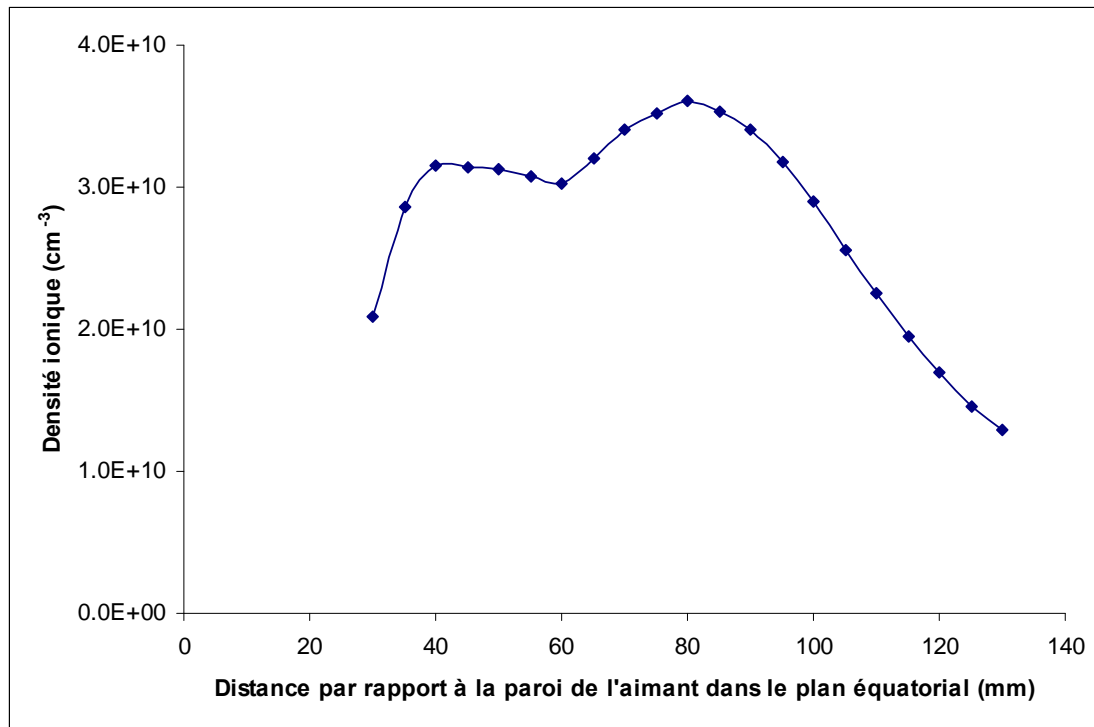
**Figure 2.9 :** Résultat de l'ajustement du modèle à deux températures maxwelliennes sur la courbe expérimentale filtrée pour une mesure réalisée dans une zone plasma pauvre en électrons chauds.

## 2.4. Caractérisation électrique du plasma créé par une source de génération 2

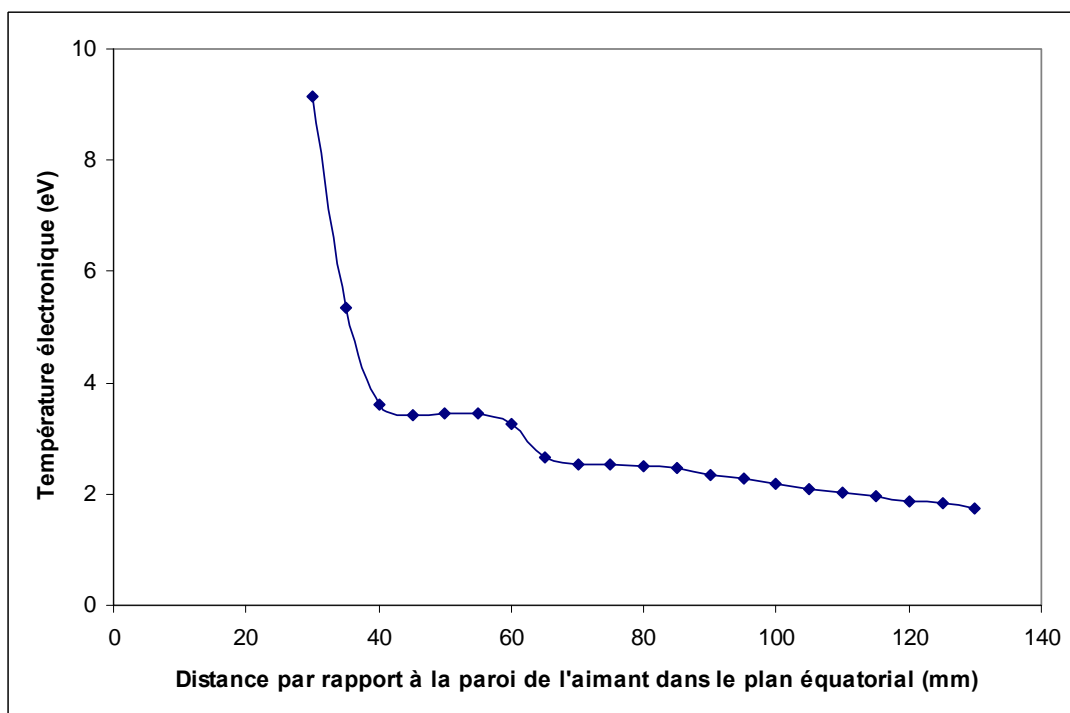
Des caractérisations par une sonde de Langmuir cylindrique ont été effectuées dans le réacteur du LPSC à une distance de 30 mm à 130 mm de la surface de l'aimant dans le plan équatorial. Les conditions opératoires du plasma utilisées sont une pression d'argon de 2 mTorr et une puissance micro-ondes de 100 W.

La Fig. 2.10 montre que les valeurs de la densité atteintes sont de l'ordre de  $2 \text{ à } 3 \times 10^{10} \text{ cm}^{-3}$ . On peut observer un premier extrema de densité à une distance d'environ 40 mm, et un deuxième extrema à une distance d'environ 80 mm. La Fig. 2.11 permet de mettre en évidence des valeurs de température électronique très élevées d'environ 9 eV à la distance la plus proche de l'aimant dans le plan équatorial, ce qui correspond aux électrons chauds accélérés dans la zone de couplage notée RCE 1 sur la Fig. 2.12. Un plateau plus faible d'environ 3,5 eV est présent entre 40 mm et 60 mm de la surface de l'aimant dans le plan équatorial. Ce deuxième extrema de température électronique s'explique par la présence d'une zone de couplage notée RCE 2 sur la Fig. 2.12 qui se situe au niveau du gap. Les électrons accélérés dans cette zone effectuent des allers-retours dans une enveloppe magnétique représentée sur la Fig. 2.12.

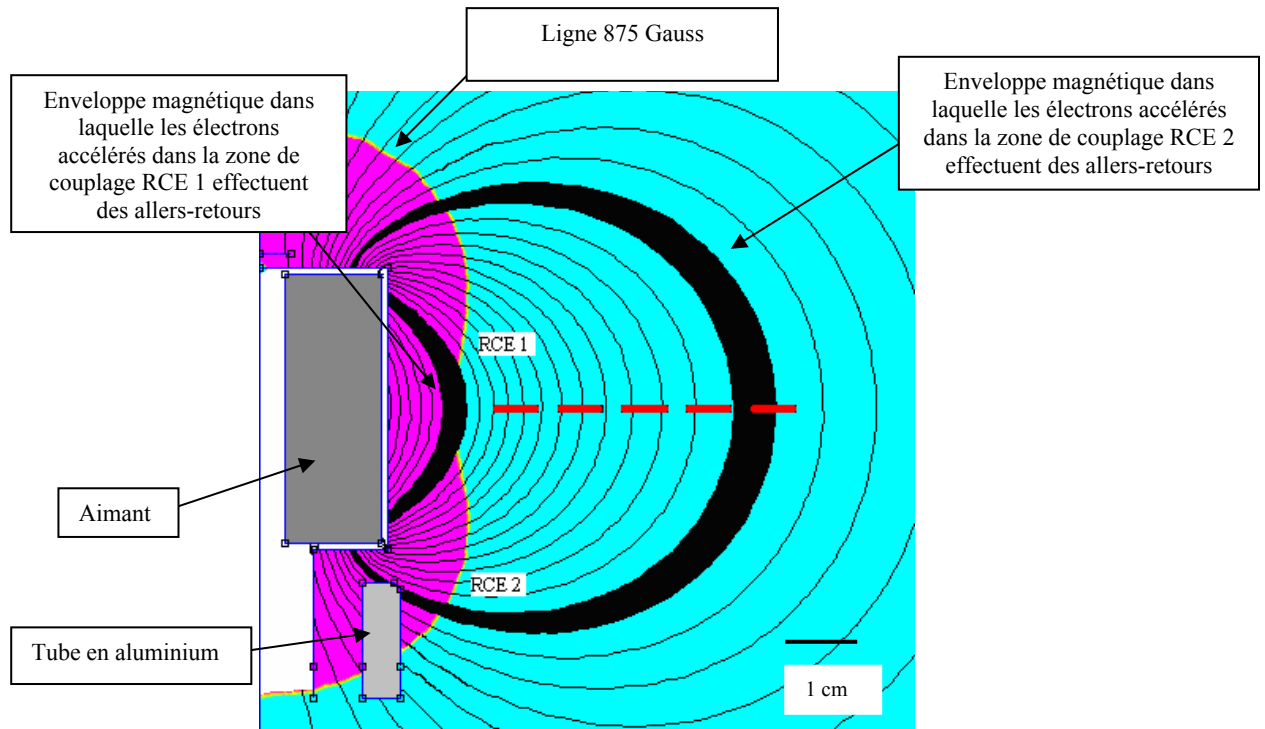




**Figure 2.10 :** Évolution de la densité ionique en fonction de la distance par rapport à la surface de l'aimant dans le plan équatorial dans le réacteur du LPSC (pression d'argon 2 mTorr, puissance micro-onde 100 W).



**Figure 2.11 :** Évolution de la température électronique en fonction de la distance par rapport à la surface de l'aimant dans le plan équatorial dans le réacteur du LPSC (pression d'argon 2 mTorr, puissance micro-onde 100 W).

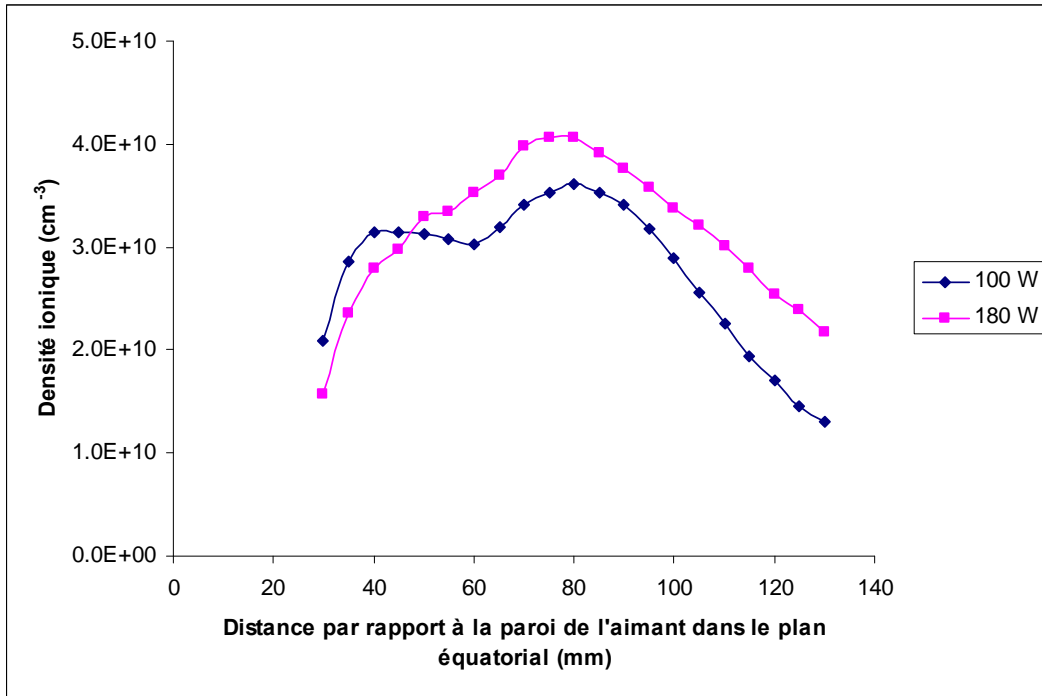


**Figure 2.12 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) de la source de génération 2.

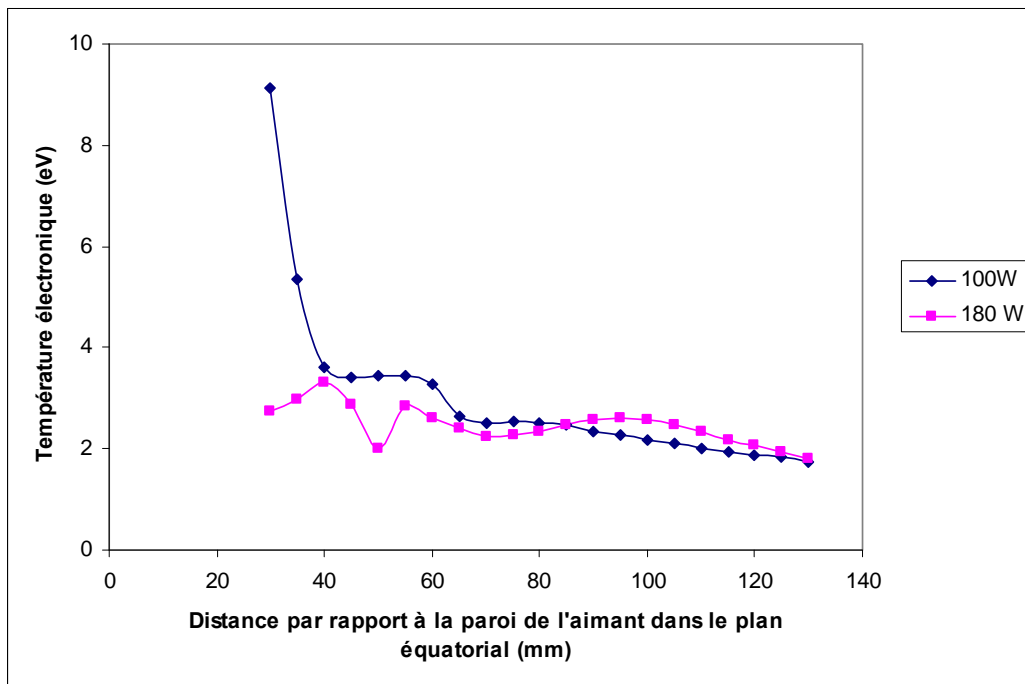
La zone de couplage notée RCE 1 est la zone la plus proche de l'aimant dans le plan équatorial qui permet de créer des électrons chauds comme observé sur la Fig. 2.11. La zone de couplage notée RCE 2 est la zone située au niveau du gap qui est à l'origine du deuxième extremum observé sur la Fig. 2.11. C'est la zone de couplage qui est la plus facile à amorcer, et qui s'allume donc en premier à des faibles puissances incidentes. La photo de la Fig. 2.13 permet de visualiser le plasma créé par cette seule zone.



**Figure 2.13 :** Photo du plasma diffus créé par la seule zone de couplage RCE 2 dans le réacteur du LPSC (pression argon 2 mTorr, puissance micro-onde 100 W).



**Figure 2.14 :** Évolution de la densité ionique pour deux puissances incidentes 100 W et 180 W en fonction de la distance par rapport à la surface de l'aimant dans le plan équatorial (réacteur du LPSC, pression d'argon 2 mTorr).



**Figure 2.15 :** Évolution de la température électronique  $T_e$  pour deux puissances incidentes 100 W et 180 W en fonction de la distance par rapport à la surface de l'aimant dans le plan équatorial (réacteur du LPSC, pression d'argon 2 mTorr).

La Fig. 2.14, représentant l'évolution de la densité ionique en fonction de la distance dans le plan équatorial à 100 W et à 180 W, montre un décalage des 2 extrema sur l'évolution de la densité ionique lorsque la puissance incidente augmente. La densité ionique moyenne n'augmente que très légèrement. L'évolution de la température électronique diffère également en fonction de la puissance incidente (Fig. 2.15), puisque le pic de température observé aux faibles distances à 100 W n'apparaît plus à une puissance incidente de 180 W. Par conséquent, ces mesures mettent en évidence un décalage des zones de couplage RCE lorsque la puissance incidente varie, ce qui explique les décalages des pics de température électronique et donc des pics de densité ionique selon la distance par rapport à l'aimant dans le plan équatorial.

Cette observation peut s'expliquer par deux phénomènes possibles :

- i) Lorsque la puissance incidente augmente de 100 W à 180 W, la fréquence délivrée par le générateur micro-onde est modifiée très légèrement. Par conséquent le module du champ magnétique permettant de satisfaire à la condition de création de couplage RCE est également modifié, pour une fréquence de 2,44 GHz ce module vaut environ 872 Gauss et pour une fréquence de 2,46 GHz il vaut environ 879 Gauss.
- ii) La densité critique au delà de laquelle une onde ne peut plus se propager dans le plasma, qui vérifie la relation 2.1, étant de  $7,45 \times 10^{10} \text{ cm}^{-3}$  pour une fréquence de 2,45 GHz, les valeurs des densités mesurées montrent que l'onde peut se propager. Néanmoins le changement des valeurs de la densité lorsque la puissance augmente induit un changement de la permittivité du plasma, ce qui modifie la configuration spatiale de propagation électromagnétique et donc la zone où le couplage RCE se produit.

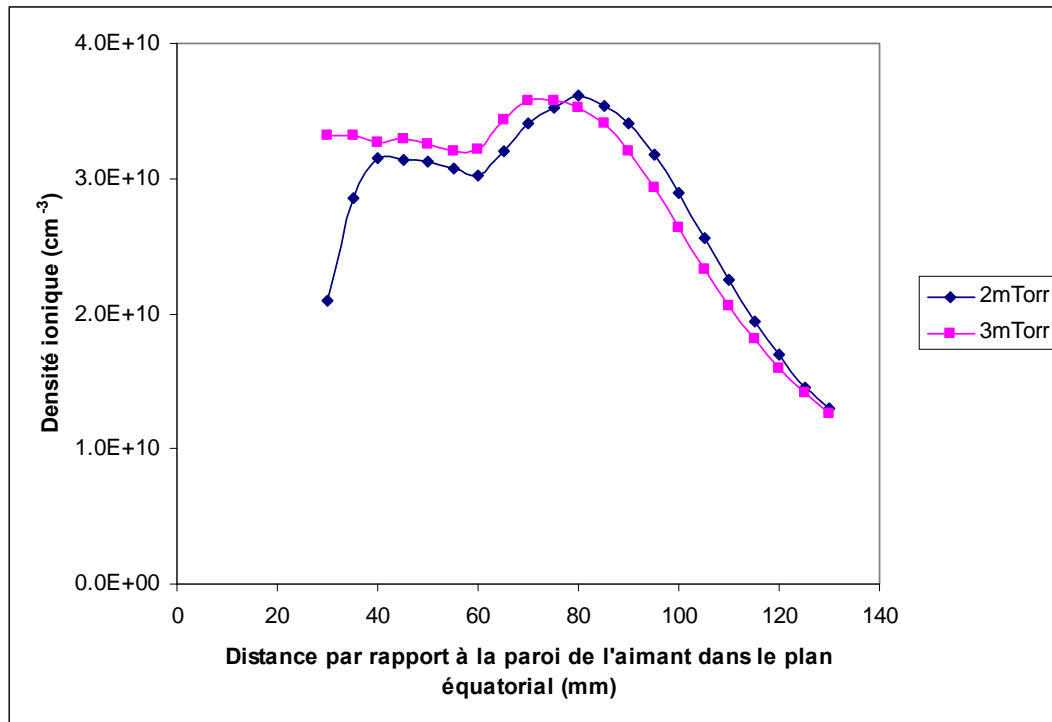
La densité critique  $n_c$ , au delà de laquelle une onde ne peut plus se propager, vérifie la relation :

$$n_c = \frac{m_e \omega^2 \varepsilon_0}{e^2} \quad (2.1)$$

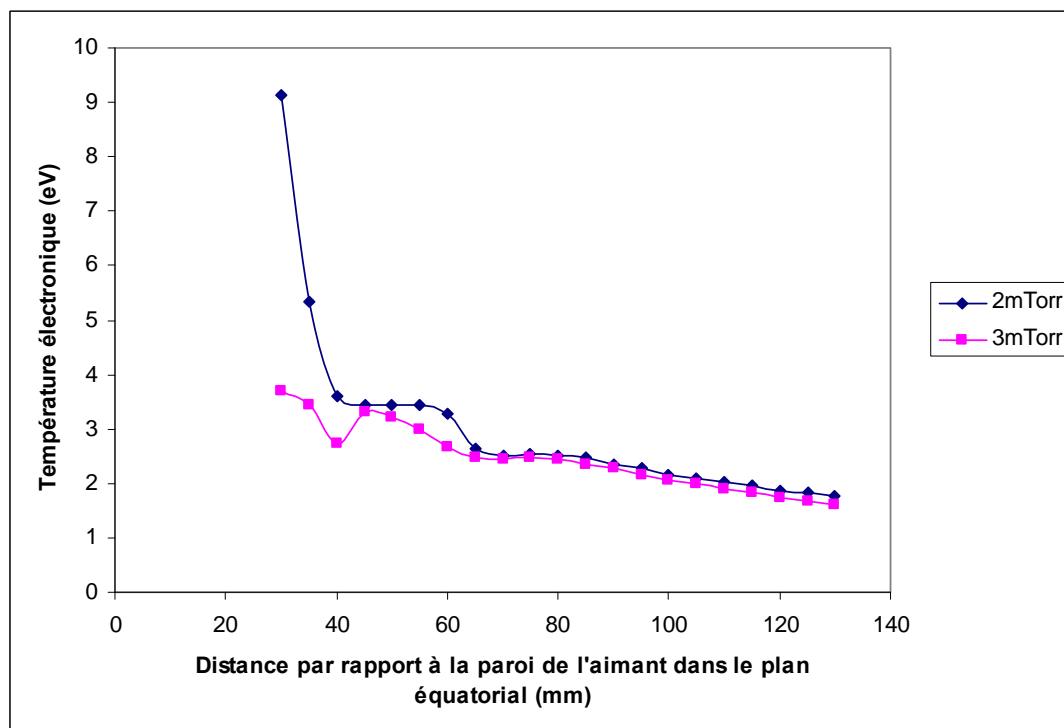
où  $m_e$  est la masse d'un électron,  $\omega$  la pulsation de l'onde,  $\varepsilon_0$  la permittivité du vide, et  $e$  la charge d'un électron.

La chute de densité plus importante observée (Fig. 2.14) à la distance la plus proche de la surface de l'aimant avec une puissance de 180 W peut s'expliquer par un gradient de densité plus important, ce qui augmente la vitesse de diffusion vers l'aimant et donc les pertes d'électrons sur ce dernier.

Les Figs. 2.16 et 2.17 qui représentent les évolutions de ces mêmes paramètres, mettent en évidence le même phénomène lorsque la pression augmente. Le premier extremum de densité ionique est situé à 40 mm de la paroi de l'aimant dans le plan équatorial pour une pression de 2 mTorr alors qu'il n'apparaît plus pour une pression de 3 mTorr. Quant au deuxième extremum de densité ionique, il est situé à environ 80 mm de la paroi de l'aimant dans le plan équatorial pour une pression de 2 mTorr alors qu'il est situé à environ 70 mm pour une pression de 3 mTorr. Il y a également un décalage visible sur la température électronique puisque le pic de température observé à la plus proche distance mesurée apparaît pour une pression de 2 mTorr et non pour une pression de 3 mTorr. Le plateau, correspondant aux électrons provenant de la zone de couplage RCE 2, est situé entre 40 et 60 mm pour une pression de 2 mTorr, et n'est plus qu'un extremum à environ 45 mm pour une pression de 3 mTorr.



**Figure 2.16 :** Évolution de la densité ionique pour deux pressions d'argon (2 et 3 mTorr) en fonction de la distance par rapport à la surface de l'aimant dans le plan équatorial (réacteur du LPSC, puissance micro-onde 100 W).

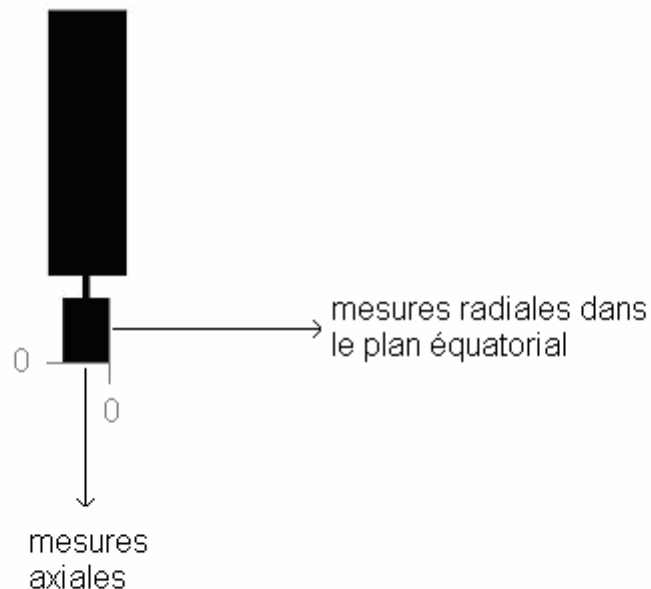


**Figure 2.17 :** Évolution de la température électronique pour deux pressions d'argon (2 et 3 mTorr) en fonction de la distance par rapport à la surface de l'aimant dans le plan équatorial (réacteur du LPSC, puissance micro-onde 100 W).

Par conséquent, lorsque la puissance et/ou la pression évoluent, la répartition spatiale de la densité est modifiée, ce qui modifie la répartition spatiale du champ électrique micro-onde dans le voisinage de l'aimant.

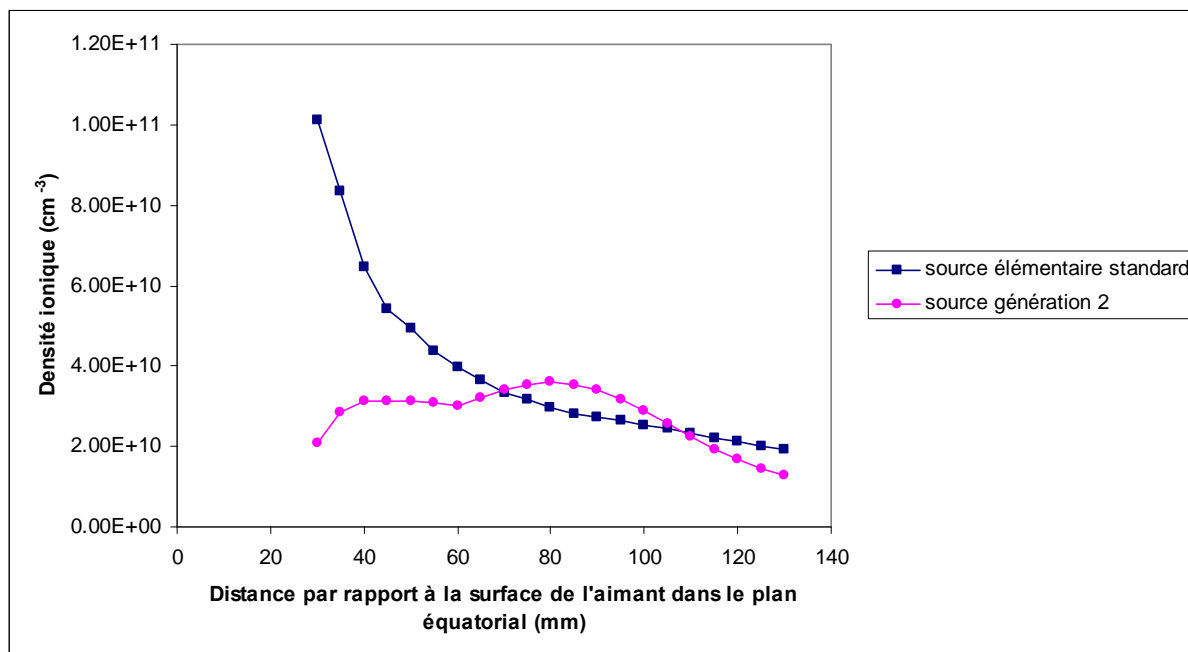
## 2.5. Comparaison de la source de génération 2 avec une source élémentaire standard

Afin de pouvoir comparer les performances en termes de densité ionique des sources élémentaires standard et de la source de génération 2, des caractérisations électriques par sonde cylindrique de Langmuir ont été réalisées selon la distance latérale par rapport à l'axe de la source, et selon la distance axiale par rapport au milieu de l'aimant comme indiqué sur la Fig. 2.18. Les paramètres du plasma utilisés sont une puissance de 100 W et une pression d'argon de 2 mTorr.

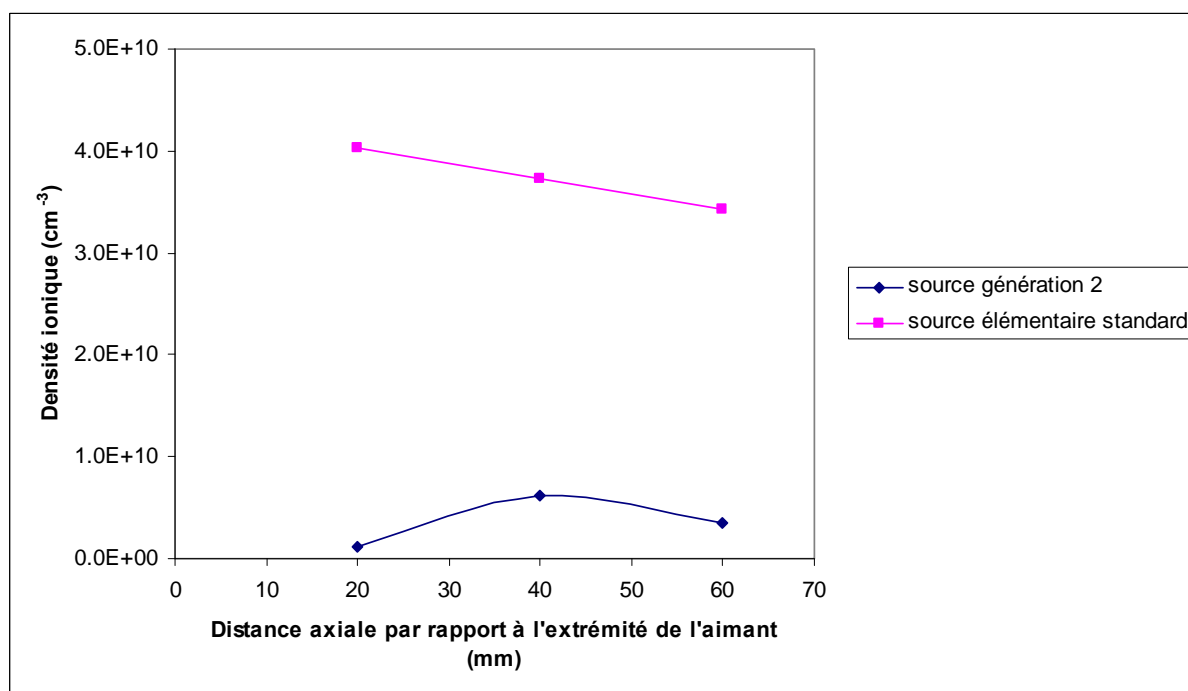


**Figure 2.18 :** Positions des différentes mesures effectuées par sonde de Langmuir.

La source de première génération permet d'atteindre des densités ioniques radiales plus élevées que pour la source de deuxième génération jusqu'à environ 60 mm par rapport à l'axe de la source (Fig. 2.19). En effet, la source de deuxième génération crée un plasma beaucoup plus étendu et uniforme selon la distance radiale par rapport à l'axe de la source, mais avec des valeurs de densités moins élevées à faible distance. Dans l'axe des sources, les densités ioniques atteintes de la source élémentaire standard sont 10 fois supérieures à celles atteintes avec la source de deuxième génération (Fig. 2.20).



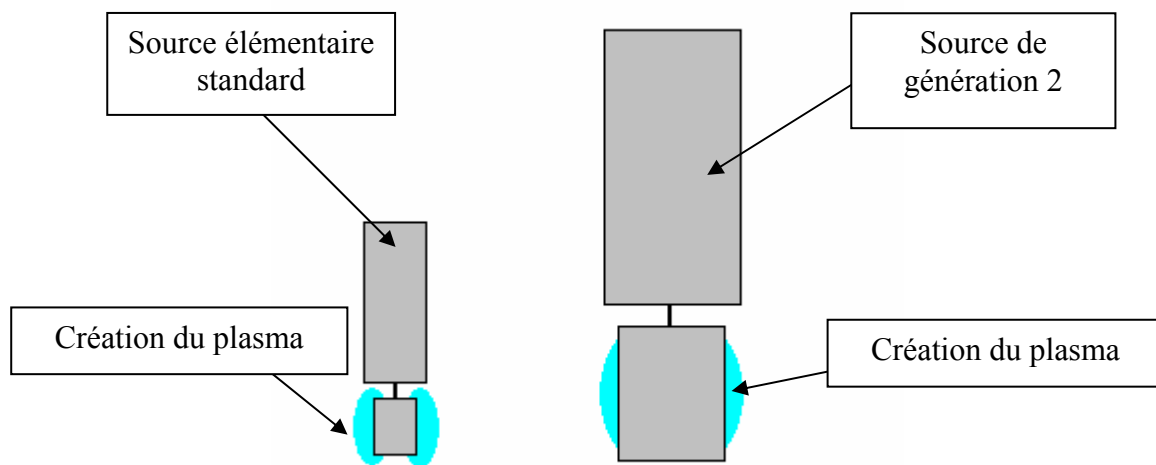
**Figure 2.19 :** Densité ionique en fonction de la distance radiale dans le plan équatorial pour deux types de sources (réacteur du LPSC, pression d'argon 2 mTorr, puissance micro-onde 100 W).



**Figure 2.20 :** Densité ionique en fonction de la distance suivant l'axe de l'aimant pour les deux types de sources (réacteur du LPSC, pression d'argon 2 mTorr, puissance micro-onde 100 W).

Cette différence importante s'explique par la différence des dimensions des aimants utilisés avec une source élémentaire standard et avec une source de génération 2. En effet, la création du plasma avec ces deux sources se fait dans le plan équatorial de l'aimant et non dans l'axe de celui-ci. Les espèces chargées créées diffusent majoritairement dans le plan équatorial. Étant donné que le diamètre de l'aimant est de 40 mm pour la source de type génération 2 contre 25 mm pour la source élémentaire standard, la densité ionique dans l'axe de la source est nettement plus faible face à la source de la génération 2 (Fig. 2.21).

Par conséquent, ces résultats montrent qu'en termes de densité ionique, la source élémentaire standard présente une meilleure répartition de densité que la source élémentaire de génération 2. De plus, les pièces étant placées face aux sources dans les réacteurs de HEF, la différence de densité ionique mesurée selon la distance axiale représente un inconvénient important en défaveur de la source élémentaire de génération 2.



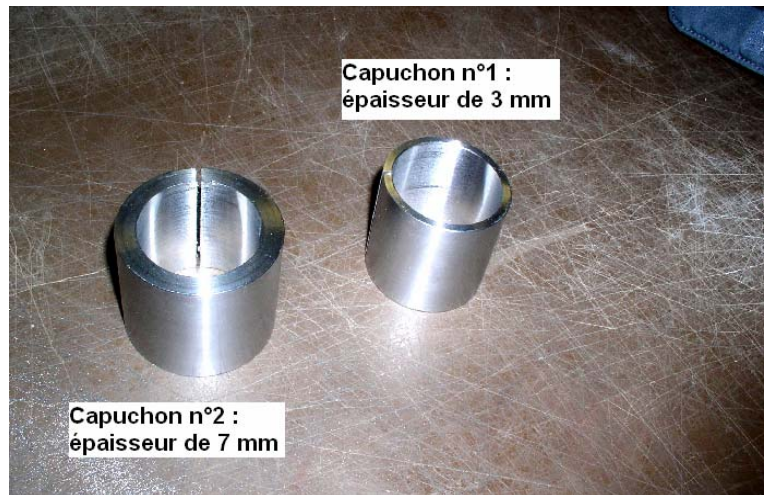
*Figure 2.21 : Schéma des deux sources élémentaires : gauche) source standard ; droite) source de génération 2.*

## 2.6. Influence de l'ajout d'une protection autour de l'aimant sur la densité ionique

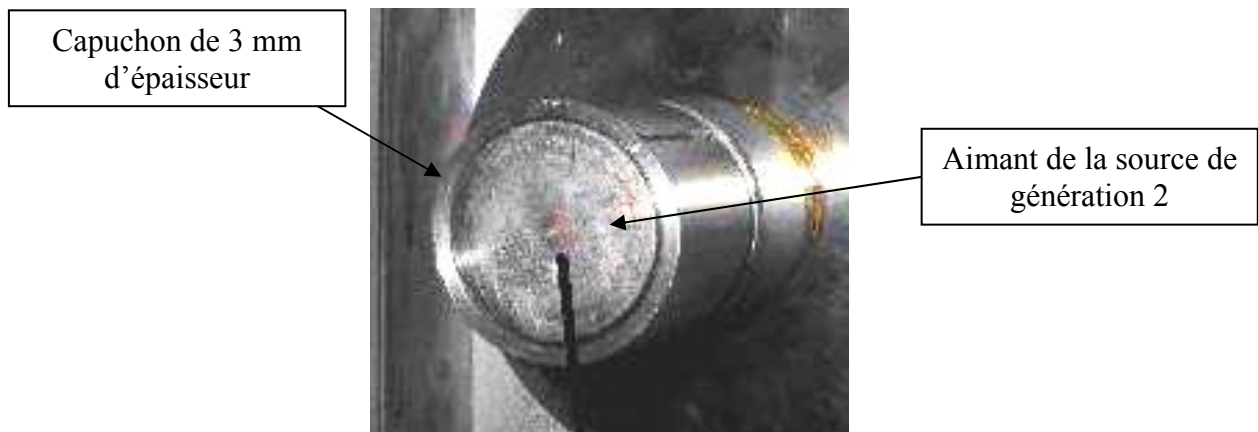
Comme expliqué dans la partie 1.4.2, des protections de l'aimant sont nécessaires afin de protéger les sources élémentaires du dépôt de DLC pendant les procédés industriels.

Dans le but de visualiser l'influence des protections autour de l'aimant sur les performances en termes de densité ionique et de température électronique, deux capuchons différents ont été conçus (Fig. 2.22) puis installés autour de l'aimant de la source de génération 2 (Fig. 2.23).





**Figure 2.22 :** Photo des deux capuchons utilisés : épaisseurs de 3 et 7 mm.



**Figure 2.23 :** Photo du capuchon de 3 mm d'épaisseur installé autour de l'aimant.

La présence d'un capuchon modifie légèrement la répartition du champ électrique micro-onde au voisinage de l'aimant comme le montrent les modélisations effectuées avec Comsol dans des enceintes à vide sur une source de génération 2 non équipée d'un capuchon et sur une source de génération 2 équipée d'un capuchon de 3 mm d'épaisseur (Figs. 2.24 et 2.25).

La mise en place d'un capuchon va également modifier le module du champ magnétique au niveau des points où les électrons accélérés dans la zone de couplage RCE 1 se réfléchissent ou se perdent sur l'aimant (Annexe A et Fig. 2.26). Sans capuchon, le champ magnétique au niveau de ces points est d'environ 3125 Gauss. Avec un capuchon de 3 mm d'épaisseur, celui-ci vaut environ 1990 Gauss, et avec un capuchon de 7 mm d'épaisseur celui-ci vaut environ 1200 Gauss. Cette diminution du module du champ magnétique va induire une hausse de la probabilité que les électrons accélérés dans la zone de couplage RCE 1 se perdent sur l'aimant au niveau des points miroirs (Annexe B) indiqués sur la Fig. 2.26.

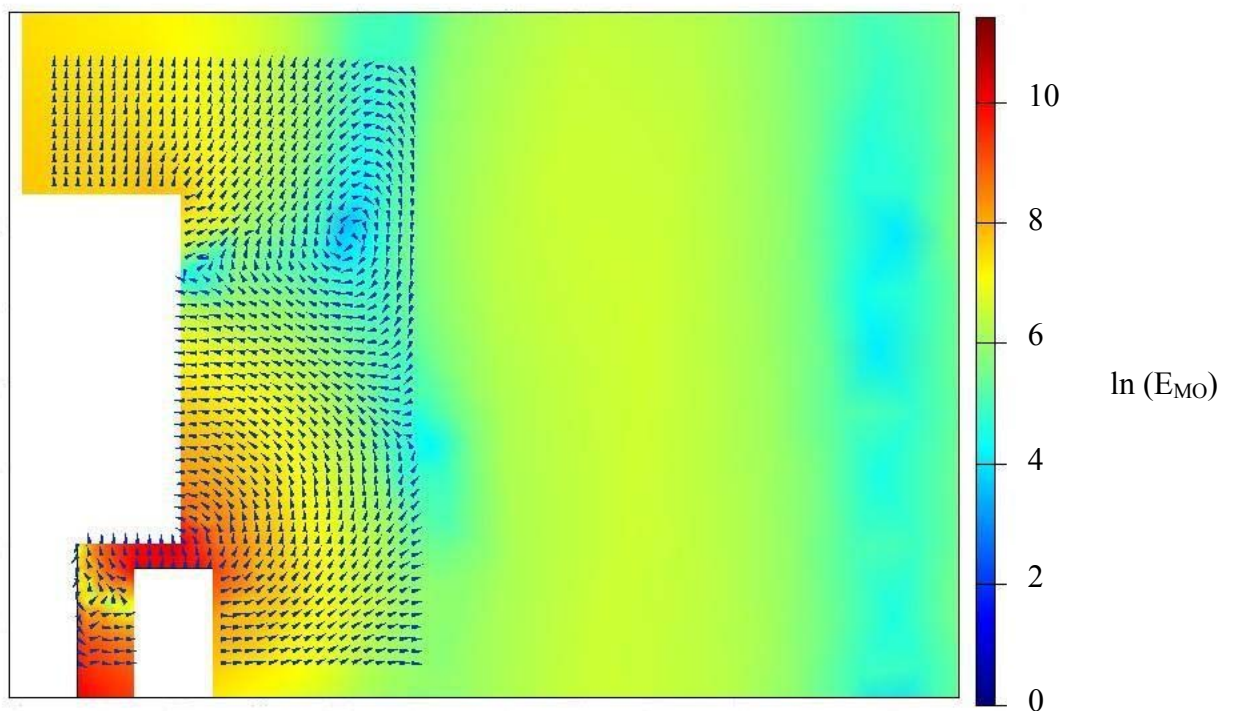
La référence [49] démontre que le pourcentage d'électrons noté  $R(\%)$  qui se réfléchissent dans un tel système magnétique dépend directement du module du champ magnétique au niveau de la zone de couplage RCE 1, soit  $B_{RCE} = 875$  Gauss, et du module du champ magnétique au niveau des points mentionnés ci-dessus noté  $B_{max}$  dans la relation :

$$R(\%) = 100 \left( 1 - \frac{B_{RCE}}{B_{\max}} \right) \quad (2.2)$$

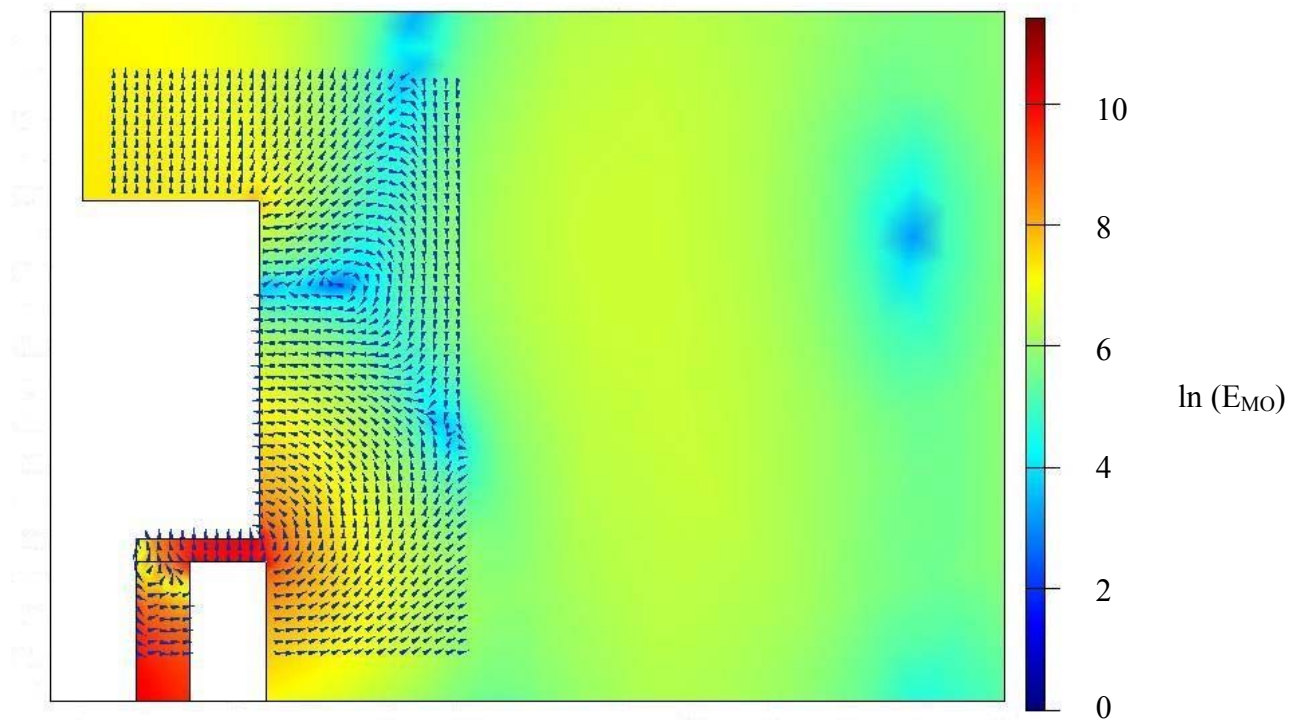
Cette relation est valable dans le cas où il n'y a pas de champ électrique, mais permet d'obtenir un ordre de grandeur du taux de réflexion pour une source de génération 2 non équipée de capuchon, pour une source de génération 2 équipée d'un capuchon de 3 mm d'épaisseur, et pour une source de génération 2 équipée d'un capuchon de 7 mm d'épaisseur (Tableau VI).

	$B_{\max}$ (Gauss)	R (%)
sans capuchon	3125	72 %
capuchon épaisseur 3 mm	1990	56 %
capuchon épaisseur 7 mm	1200	27 %

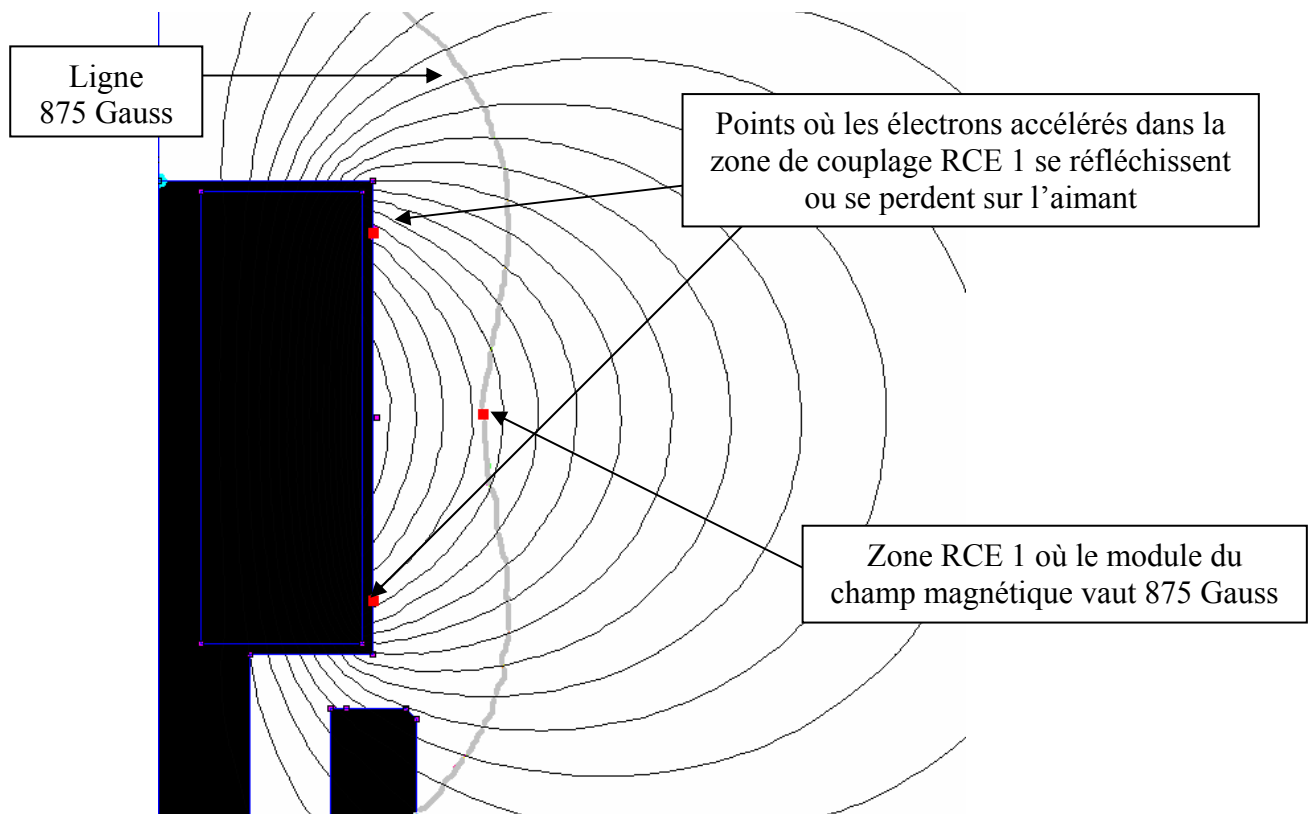
**Tableau VI :** Valeurs des coefficients de réflexion pour les trois configurations : sans capuchon, capuchon de 3 mm d'épaisseur, et capuchon de 7 mm d'épaisseur.



**Figure 2.24 :** Modélisation COMSOL du logarithme népérien du module et de la direction du champ électrique micro-onde dans le vide avec une source de génération 2 non équipée d'un capuchon.



**Figure 2.25 :** Modélisation COMSOL du logarithme népérien du module et de la direction du champ électrique micro-onde dans le vide avec une source de génération 2 équipée d'un capuchon de 3 mm d'épaisseur.

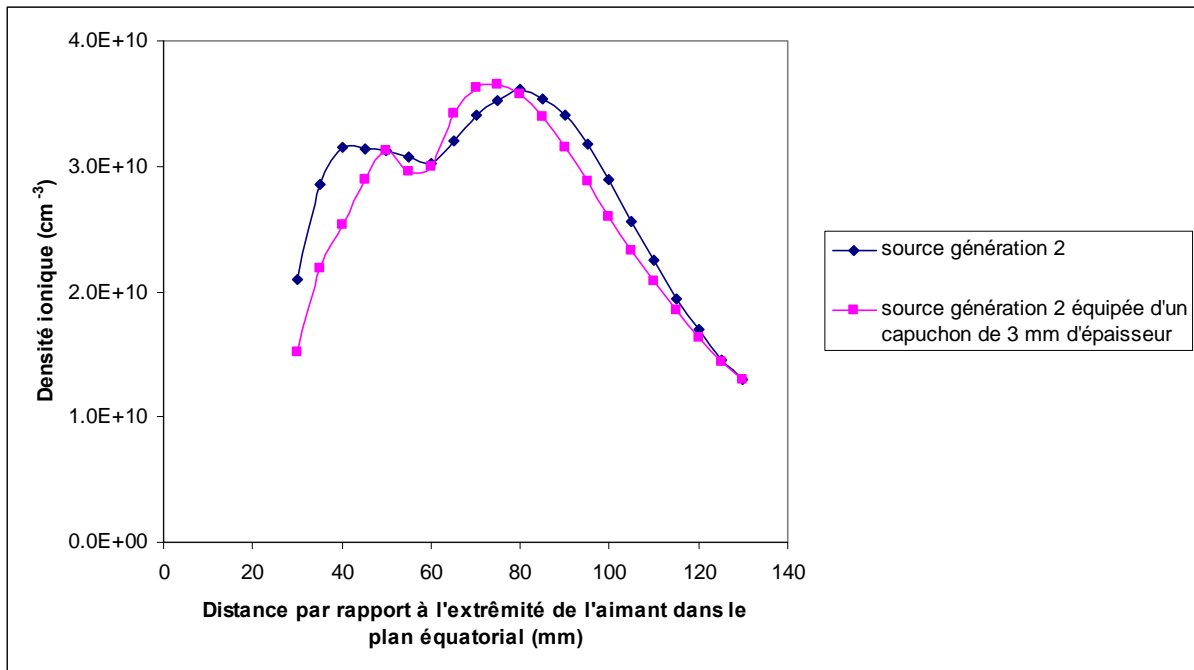


**Figure 2.26 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) de la source de type génération 2.

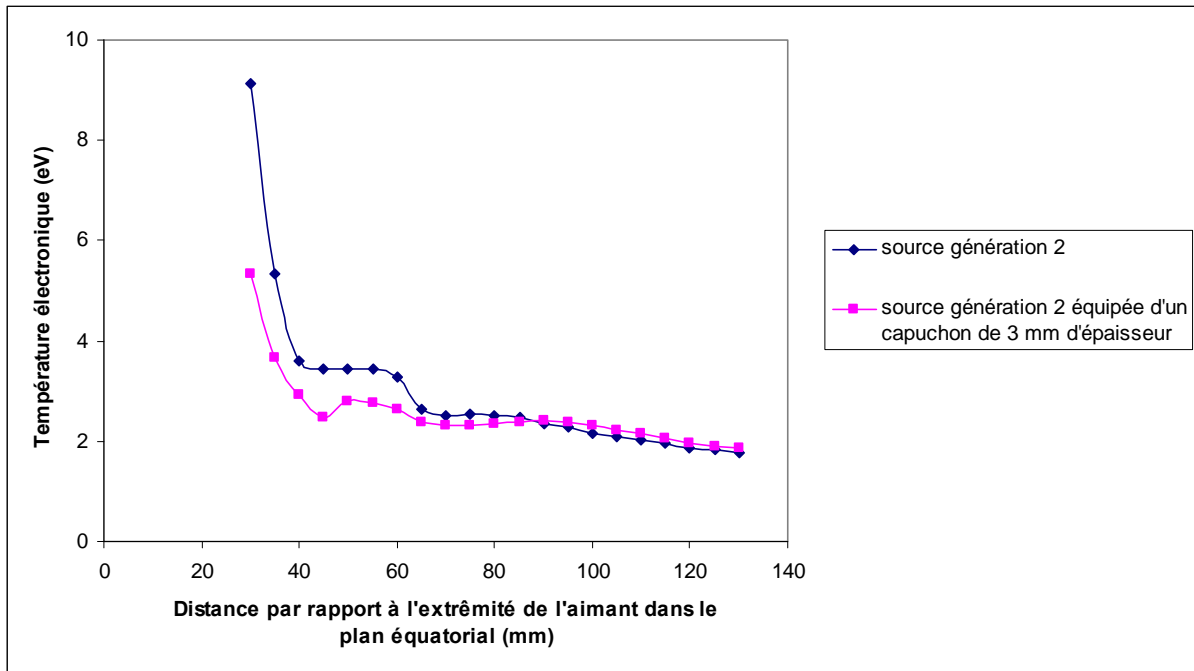
Les mesures effectuées avec une sonde cylindrique de Langmuir dans le plan équatorial de l'aimant non équipé de capuchon et de l'aimant équipé d'un capuchon de 3 mm d'épaisseur, avec une pression d'argon de 2 mTorr et une puissance de 100 W (Figs. 2.27 et 2.28), montrent que la densité ionique moyenne et la température électronique moyenne diminuent légèrement lorsque le capuchon de 3 mm d'épaisseur est présent. Ceci s'explique par la baisse de la probabilité pour les électrons accélérés dans la zone de couplage RCE 1 soient réfléchis aux points miroirs (Annexes A et B) au niveau de l'aimant et donc par l'augmentation des pertes en électrons sur l'aimant équipé du capuchon de 3 mm d'épaisseur (cf. Fig. 2.26 et Tableau VI). Cette légère chute de la densité ionique locale au niveau de l'aimant explique le léger décalage des extrema de densité ionique et des extrema de température électronique en présence du capuchon.

La source de génération 2 équipée du capuchon d'épaisseur de 7 mm n'a pas permis d'amorcer un plasma car la probabilité que les électrons accélérés dans la zone de couplage RCE 1 soient réfléchis aux points miroirs par le dipôle magnétique est trop faible (Tableau VI) pour que le plasma puisse s'auto entretenir.

Ces résultats montrent qu'il est nécessaire que le champ magnétique permette aux électrons accélérés dans les zones de couplage RCE d'être réfléchis en suffisamment grand nombre pour amorcer un plasma. Si cette condition est satisfaite, la densité ionique moyenne obtenue ne diffère que légèrement entre le cas sans capuchon et le cas avec capuchon sur l'aimant.



**Figure 2.27 :** Évolution de la densité ionique en fonction de la distance par rapport à la surface de l'aimant dans le plan équatorial sans capuchon et avec capuchon de 3 mm d'épaisseur (puissance micro-onde 100 W, pression argon 2 mTorr).

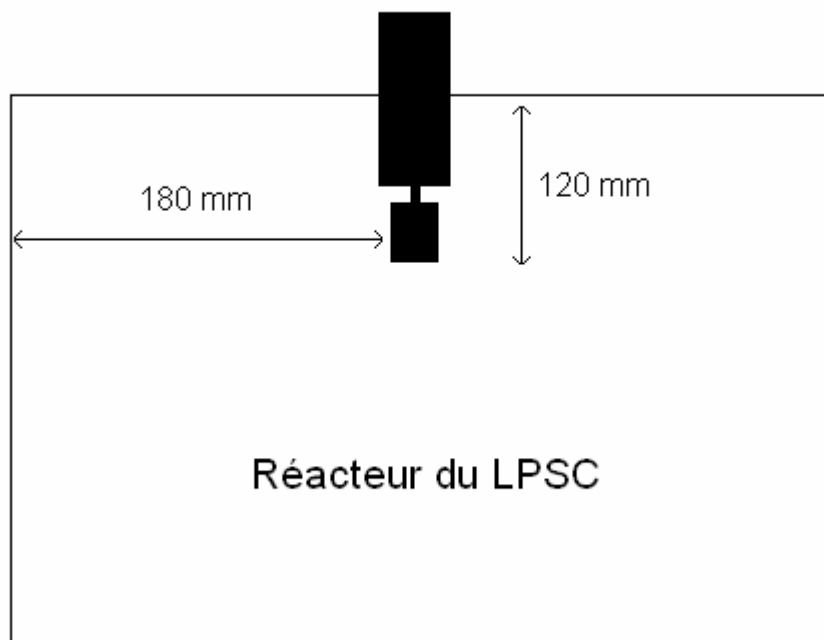


**Figure 2.28 :** Évolution de la température électronique en fonction de la distance par rapport à la surface de l'aimant dans le plan équatorial sans capuchon et avec capuchon de 3 mm d'épaisseur (puissance micro-onde 100 W, pression argon 2 mTorr).

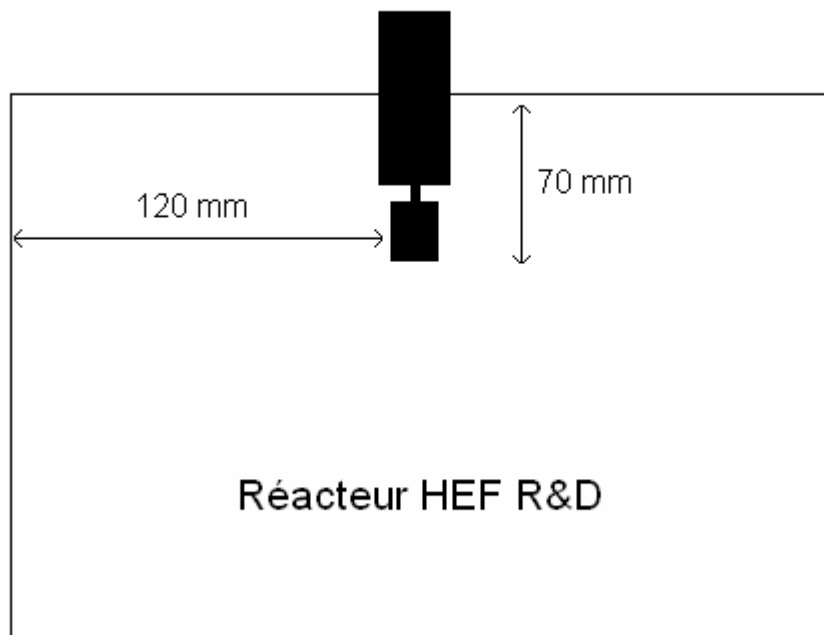
## 2.7. Différence de comportement du plasma créé par la source de génération 2 selon la configuration géométrique du réacteur

La source élémentaire de génération 2 a été testée dans deux réacteurs différents (Figs. 2.29 et 2.30). Dans le premier réacteur (situé au LPSC), l'amorçage n'a pas présenté de difficultés puisqu'il suffit d'une puissance incidente de l'ordre de 30 W pour amorcer le plasma (Fig. 2.31). En revanche, dans le réacteur industriel de HEF, le plasma a pu être amorcé mais uniquement avec l'apport d'électrons primaires via une cathode magnétron et une puissance incidente d'environ 100 W. De plus, une fois le plasma amorcé, une zone de couplage RCE est observée autour du conducteur extérieur en aluminium (Fig. 2.32). L'existence de cette zone de couplage RCE (875 Gauss) a été confirmée par des mesures du module du champ magnétique avec un gaussmètre.

La difficulté d'amorçage pourrait s'expliquer en partie par une absorption de puissance dans la zone de couplage notée RCE 3 sur la Fig. 2.33. La différence de comportement de la source observée entre les deux réacteurs est probablement due à la différence des dimensions des réacteurs utilisés. La densité locale dépendant directement de la proximité des parois du réacteur, la propagation du champ électrique micro-onde au niveau de la source étant modifiée [50,51]. Ceci favorise, dans le cas du réacteur de HEF, l'amorçage dans la zone de couplage RCE 3.



**Figure 2.29 :** Schéma de l'installation de la source de génération 2 dans le réacteur du LPSC.

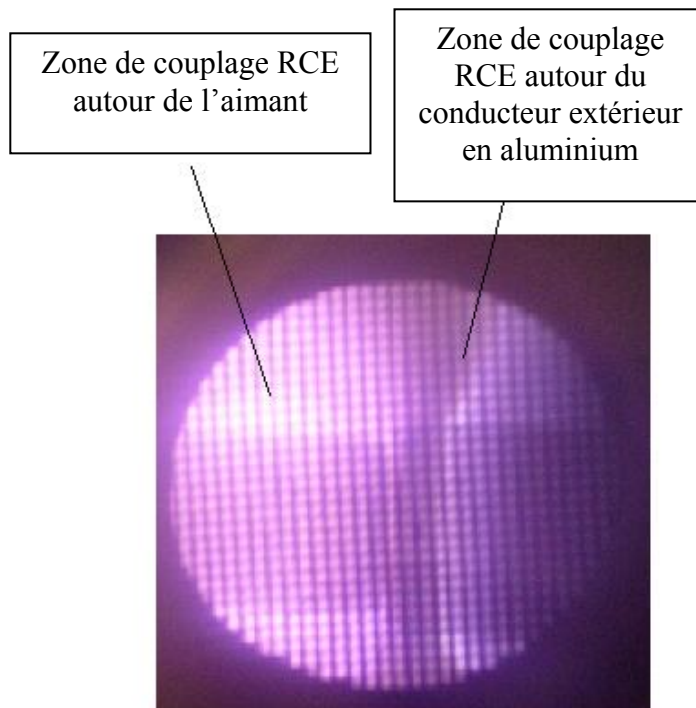


**Figure 2.30 :** Schéma de l'installation de la source de génération 2 dans le réacteur de HEF.

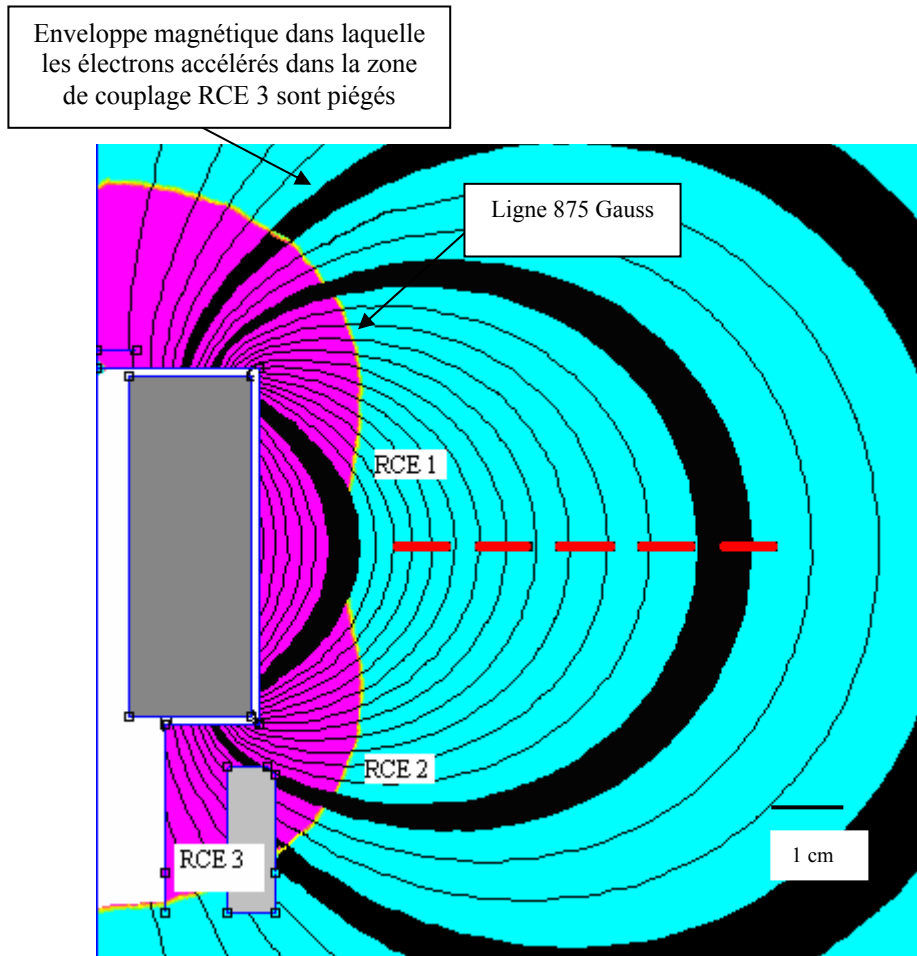




**Figure 2.31 :** Photo du plasma obtenu dans le réacteur du LPSC  
(pression argon 2 mTorr, puissance micro-onde 100 W).



**Figure 2.32 :** Photo du plasma obtenu dans le réacteur de HEF  
(pression argon 3 mTorr, puissance micro-onde 100 W).



**Figure 2.33 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) de la source de génération 2 et positions des zones de couplage RCE.

Le couplage dans la zone RCE 3 n'est pas souhaitable puisque l'enveloppe magnétique dans laquelle les électrons accélérés dans cette zone effectuent des allers-retours montre le risque de créer des pertes d'électrons très importantes sur les parois du réacteur de HEF et donc de réduire significativement le rendement de la source de génération 2.

Il n'est pas envisageable avec cette source de l'éloigner de la paroi de support puisque l'encombrement dans la machine deviendrait beaucoup trop important, ce qui réduirait la capacité du nombre et/ou de la taille des pièces à traiter pendant un procédé industriel.

La difficulté d'amorçage constatée dans le réacteur de HEF représente également un inconvénient majeur pour une utilisation industrielle.

## 2.8. Conclusions sur le chapitre

La source de génération 2 conçue pour remédier aux difficultés liées aux faibles dimensions géométriques des sources élémentaires standard a donné satisfaction par rapport au point cité en introduction de ce chapitre.

L'étude de cette source a permis de mesurer l'influence des paramètres opératoires sur les performances électriques du plasma dans le voisinage de l'aimant :



- i) La répartition spatiale de la densité au voisinage de l'aimant évolue en fonction de la pression et de la puissance micro-onde. La répartition spatiale du champ électrique micro-onde est fortement influencée par celle de la densité.
- ii) La mise en place d'une protection autour de l'aimant modifie légèrement la densité au voisinage de l'aimant. L'épaisseur de la protection doit toutefois être suffisamment faible pour que le plasma puisse s'amorcer.
- iii) La configuration géométrique du réacteur dans lequel la source est installée modifie les performances électriques dans le voisinage de l'aimant. En effet, la distance entre l'aimant et les parois du réacteur modifie la répartition spatiale du champ électrique micro-onde au niveau de la source, et peut réduire significativement le rendement de la source.

La comparaison de la source de génération 2 avec une source élémentaire standard a permis de montrer que la différence de densité ionique dans l'axe de la source représente un inconvénient important en défaveur de la source élémentaire de génération 2. En effet, il est nécessaire d'obtenir un bombardement ionique suffisant au niveau des pièces à traiter pour les applications développées par HEF.

# **Développement d'une source micro-onde de génération 3**

### 3. Développement d'une source micro-onde de génération 3

#### 3.1. Introduction

Outre les limitations imputables à leurs dimensions géométriques (cf. Chapitre 2), les sources micro-onde élémentaires standard présentent plusieurs inconvénients :

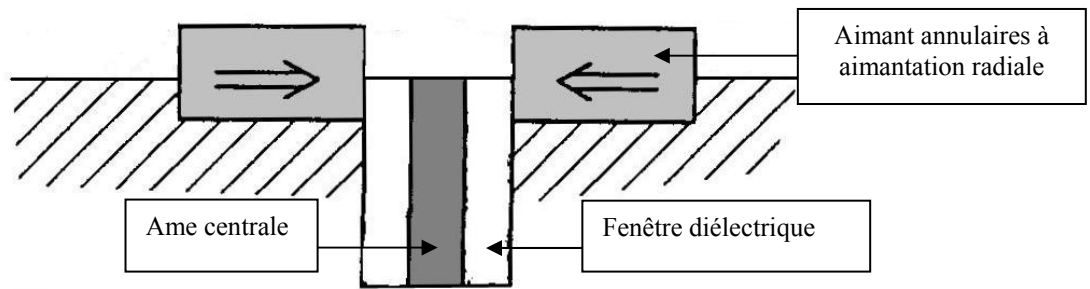
- i) Le nettoyage des sources élémentaires standard après plusieurs dépôts devient difficile car le dépôt le plus adhérent se fait au niveau de l'aimant.
- ii) Les zones de production du plasma ne sont pas orientées directement vers les pièces à traiter mais vers les parois latérales du réacteur, d'où une densité ionique plus faible au niveau des pièces à traiter.
- iii) L'insertion d'une ligne de sources élémentaires standard engendre un encombrement non négligeable dans les réacteurs industriels.

Après la présentation en Section 3.2 de solutions déjà développées pour privilégier la diffusion des électrons et des ions en direction des pièces à traiter, nous présenterons dans la Section 3.3 la conception de la nouvelle source adoptée pour résoudre les points cités ci-dessus. Les tests d'amorçage et les observations qualitatives du plasma créé par cette nouvelle source sont ensuite décrits dans la Section 3.4. Les caractérisations électriques réalisées avec une sonde cylindrique de Langmuir et la comparaison des performances de cette source en fonction des paramètres géométriques sont alors présentées dans les Sections 3.5 et 3.6. Les tests de dépôt de type DLC avec cette nouvelle source ainsi que la comparaison des couches déposées, entre la nouvelle source et la source élémentaire standard, en terme d'uniformité et de propriétés mécaniques sont décrits dans les Sections 3.7 et 3.8.

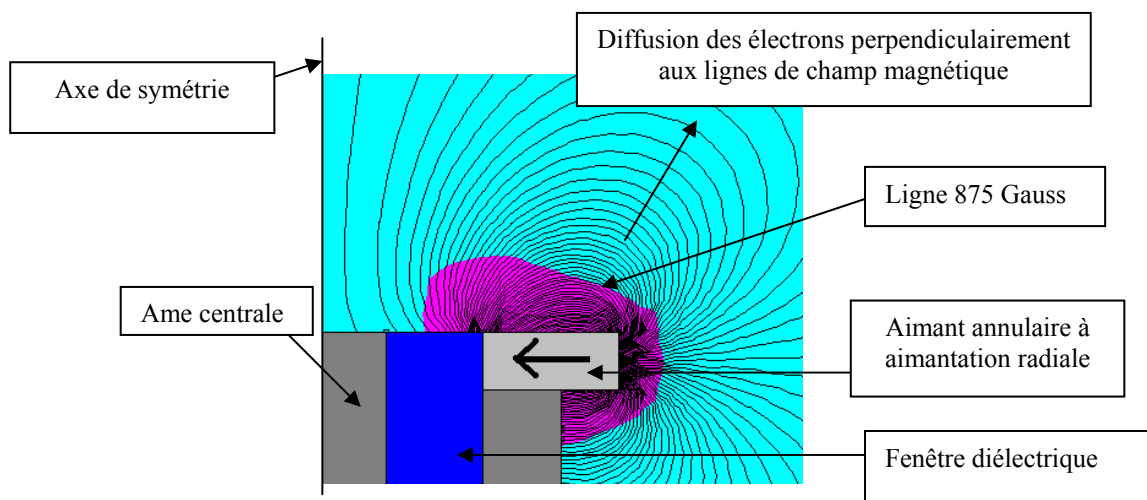
#### 3.2. État de l'art relatif aux sources micro-onde élémentaires produisant un plasma orienté vers l'avant de la source

Plusieurs solutions basées sur de nouvelles configurations magnétiques ont été développées afin de privilégier la diffusion des électrons et des ions en direction des pièces à traiter et non vers les parois latérales du réacteur.

La première solution [52] qui a été développée consiste à positionner des aimants annulaires à aimantation radiale à l'extrémité de l'âme centrale du guide d'onde (Fig. 3.1). La configuration du champ magnétique a été obtenue avec le logiciel FEMM (Fig. 3.2), qui montre que la diffusion du plasma perpendiculairement aux lignes de champ magnétique ne s'effectue pas selon l'axe de l'applicateur, mais de manière oblique par rapport à cet axe. De plus, dans le cadre de dépôt DLC, la fenêtre diélectrique est directement exposée aux espèces réactives provenant du plasma réactif, ce qui représente un inconvénient supplémentaire.

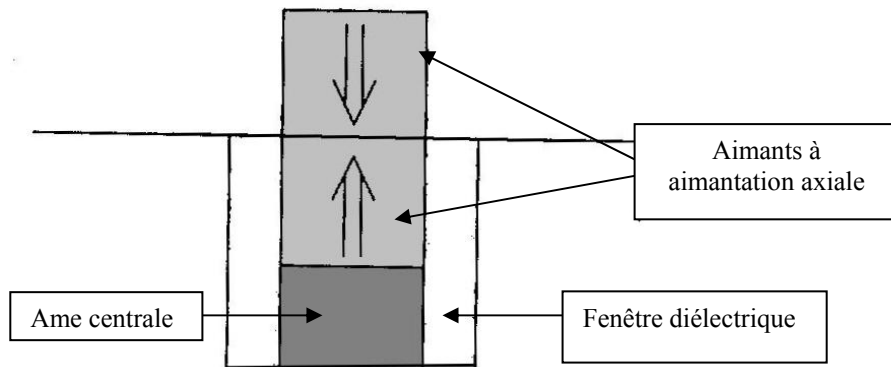


**Figure 3.1 :** Schéma de la première solution.

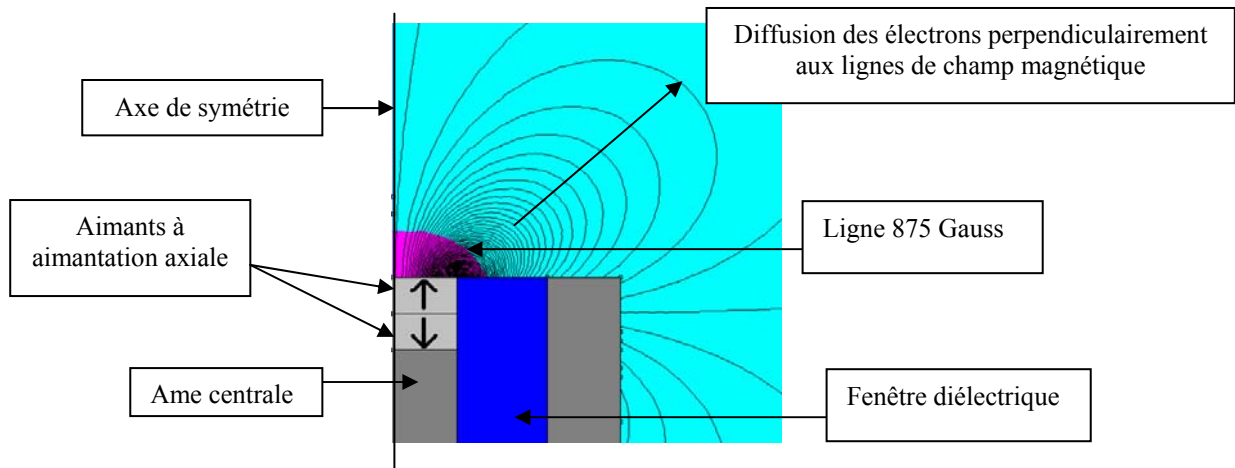


**Figure 3.2 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) de la première solution.

La deuxième solution développée [53] consiste à positionner deux aimants à aimantation axiale et de polarités alternées l'un au dessus de l'autre, à l'extrémité de l'âme centrale (Fig. 3.3). La configuration du champ magnétique (Fig. 3.4) montre que la diffusion du plasma perpendiculairement aux lignes de champ magnétique ne s'effectue pas selon l'axe de l'applicateur, mais de manière oblique par rapport à cet axe, comme pour la première solution. La zone où le module du champ magnétique vaut 875 Gauss est proche de l'âme centrale. La fenêtre diélectrique étant exposée directement aux espèces réactives, cette deuxième solution présente le même inconvénient que la première.

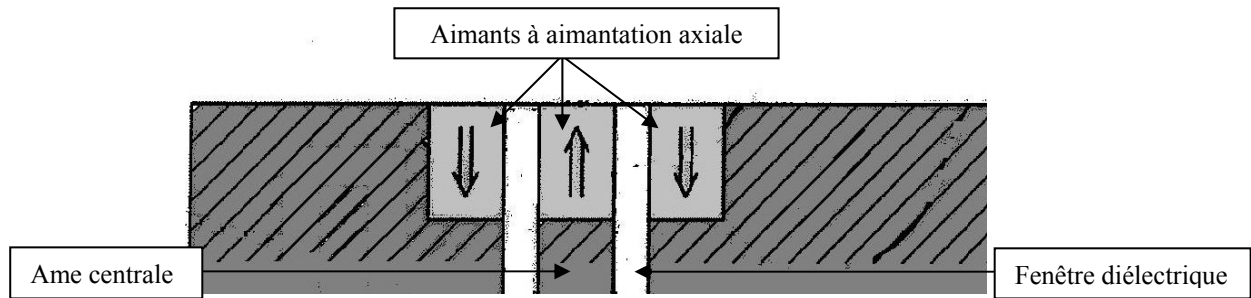


**Figure 3.3 :** Schéma de la deuxième solution.

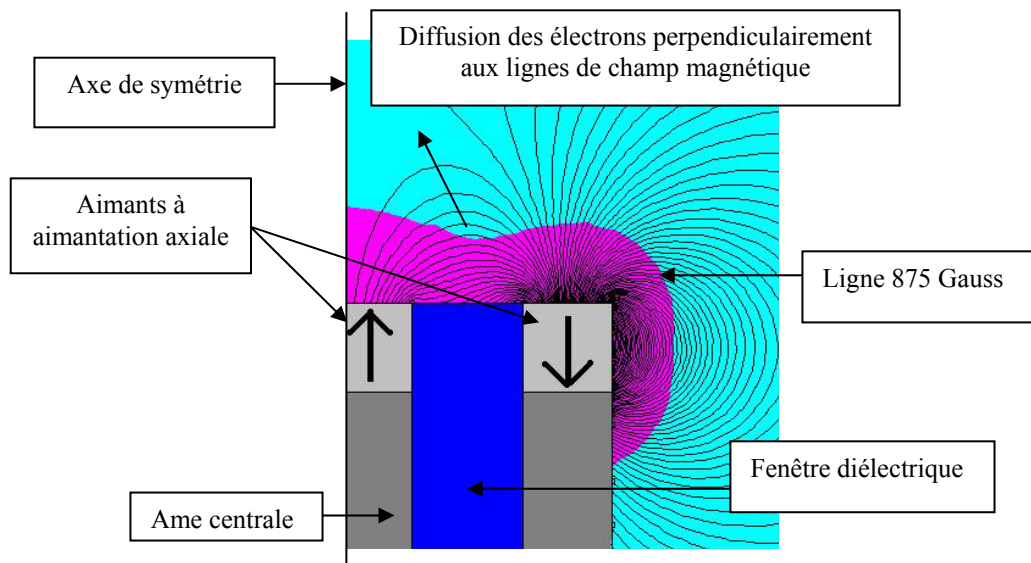


**Figure 3.4 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) de la deuxième solution.

La troisième solution développée [54,55] consiste à positionner des aimants à aimantation axiale. Un à l'extrémité de l'âme centrale, et une paire d'aimants de polarité alternée par rapport au premier comme décrit sur la Fig. 3.5. La configuration du champ magnétique (Fig. 3.6) montre que la diffusion du plasma perpendiculairement aux lignes de champ magnétique ne s'effectue pas selon l'axe de l'applicateur, mais de manière oblique par rapport à cet axe comme pour les deux premières solutions. Toutefois, cette solution présente l'avantage de pouvoir modifier l'angle de la diffusion du plasma perpendiculairement aux lignes de champ magnétique. Comme pour les deux premières solutions, la fenêtre diélectrique est exposée aux espèces réactives.



*Figure 3.5 : Schéma de la troisième solution.*



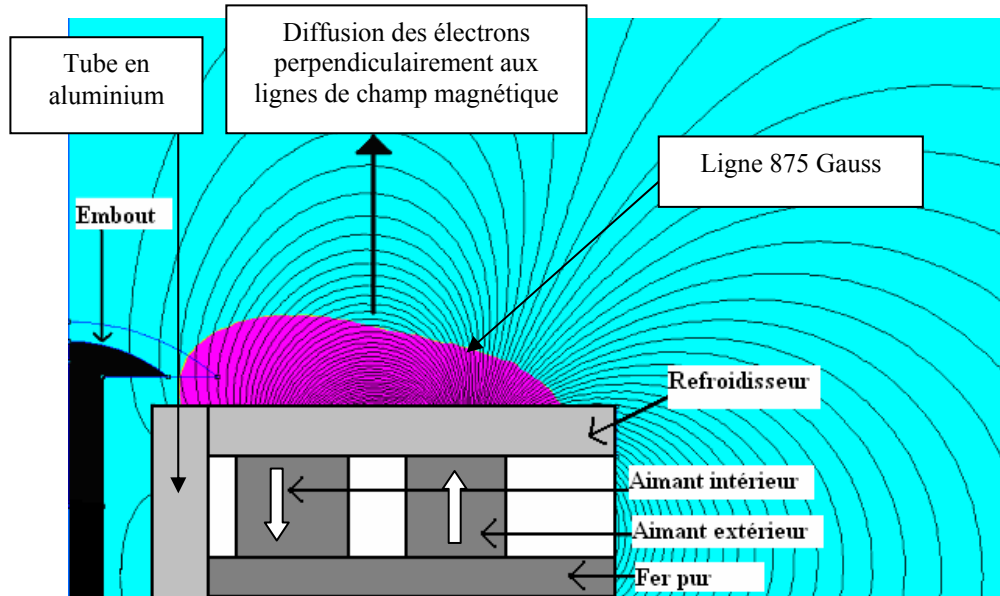
*Figure 3.6 : Configuration magnétique (logiciel FEMM) de la troisième solution.*

Seule la troisième solution a été retenue par le CRPMN car les deux premières ne permettent pas une flexibilité sur l'angle de la diffusion du plasma perpendiculairement aux lignes de champ magnétique. Toutefois, aucune solution n'a été retenue par HEF car l'exposition de la fenêtre diélectrique aux espèces réactives pendant des dépôts DLC représente un inconvénient important dans le cadre d'une utilisation industrielle.

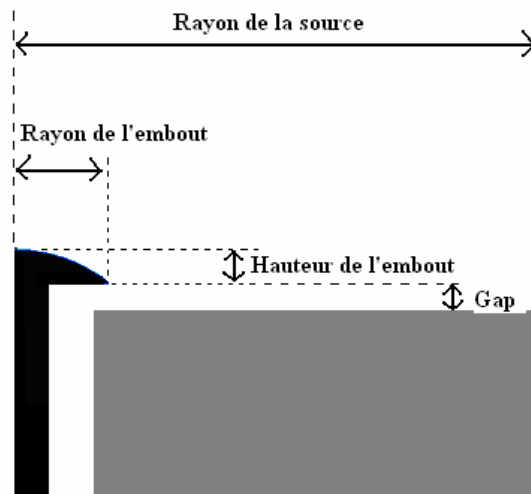
### 3.3. Premier prototype de la nouvelle source micro-onde (génération 3)

L'objectif de cette source est de privilégier la diffusion des électrons et des ions en direction des pièces à traiter et non vers les parois latérales du réacteur. C'est pourquoi une autre source basée sur une nouvelle configuration des lignes de champ magnétique et du module à 875 Gauss a été envisagée pour remplir cette fonction (Fig.3.7). Les aimants, en forme de tores, sont positionnés entre un refroidisseur et un disque de fer pur. Plusieurs embouts ont été utilisés dont la forme et les dimensions (Fig. 3.8) sont résumées dans le Tableau VII. Ces derniers ne contiennent pas d'aimant. La dimension du gap (Fig. 3.8) peut varier de 3 mm à 5 mm.

Ce premier prototype a été réalisé avec 2 dimensions différentes : un rayon de la source (Fig. 3.8) de 37 mm et de 55 mm, soit un diamètre de 74 mm et de 110 mm.



**Figure 3.7 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) de la nouvelle source micro-onde.



**Figure 3.8 :** Schéma de la nouvelle source micro-ondes.

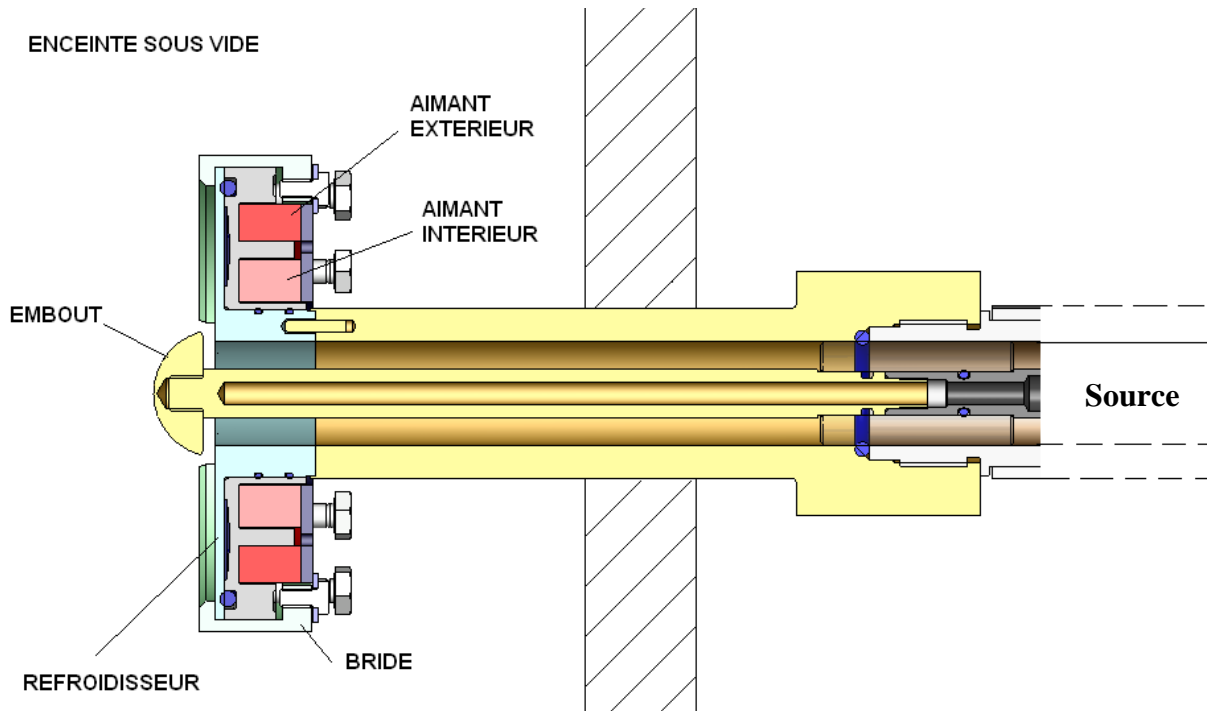
	Forme	Rayon de l'embout (mm)	Diamètre de l'embout (mm)	Hauteur de l'embout (mm)
1	Champignon	10	20	8
2	Champignon	10	20	14
3	Champignon	12,5	25	8
4	Disque	12,5	25	8
5	Champignon	15	30	8
6	Champignon	15	30	14

**Tableau VII :** Formes et dimensions des différents embouts utilisés.

L'applicateur coaxial utilisé pour cette nouvelle source est le même que celui utilisé avec les sources élémentaires standard. Les Figs. 3.9 et 3.10 montrent la structure mécanique utilisée pour intégrer le nouveau système magnétique ainsi que la manière dont il est installé sur l'applicateur micro-onde standard. Le refroidissement est situé entre la surface de la source en contact avec le vide et les aimants, ainsi que dans l'âme centrale comme sur les applicateurs actuels. L'embout peut se visser et se dévisser de l'âme centrale. Son refroidissement est donc assuré par le contact thermique avec l'âme centrale qui est refroidie à l'eau.

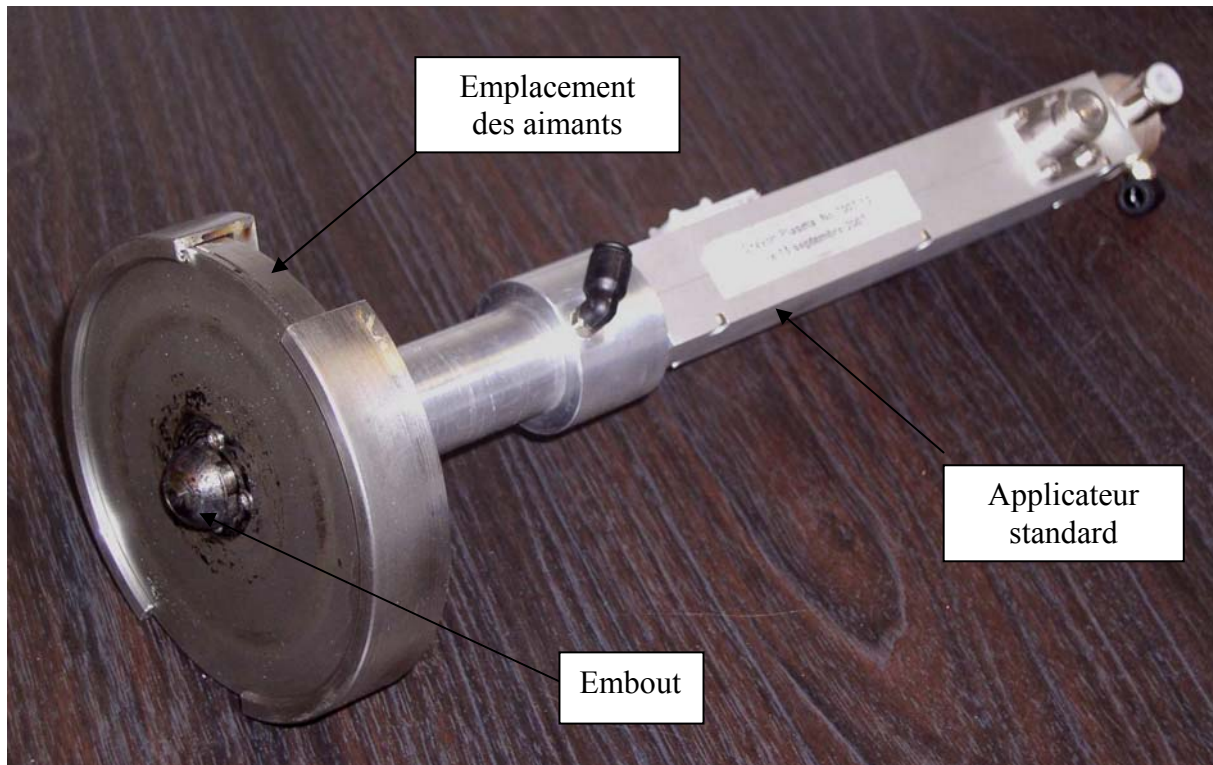
L'autre utilité de l'embout est de protéger l'intérieur du tube en aluminium ainsi que le diélectrique du dépôt (Fig. 3.11), dans le but que la propagation des micro-ondes ne soit pas perturbée après plusieurs dépôts.

Avec cette configuration, il sera possible d'intégrer ce nouveau circuit magnétique directement dans la paroi. La seule partie de cet applicateur qui se retrouvera alors dans le réacteur est l'embout, ce qui diminuera l'encombrement dans les réacteurs industriels.

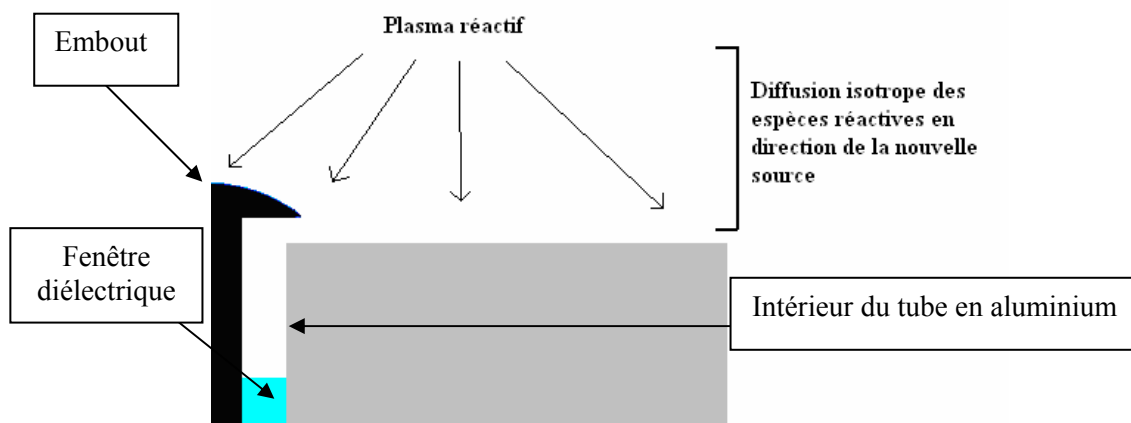


**Figure 3.9 :** Schéma de principe de la nouvelle source micro-onde.





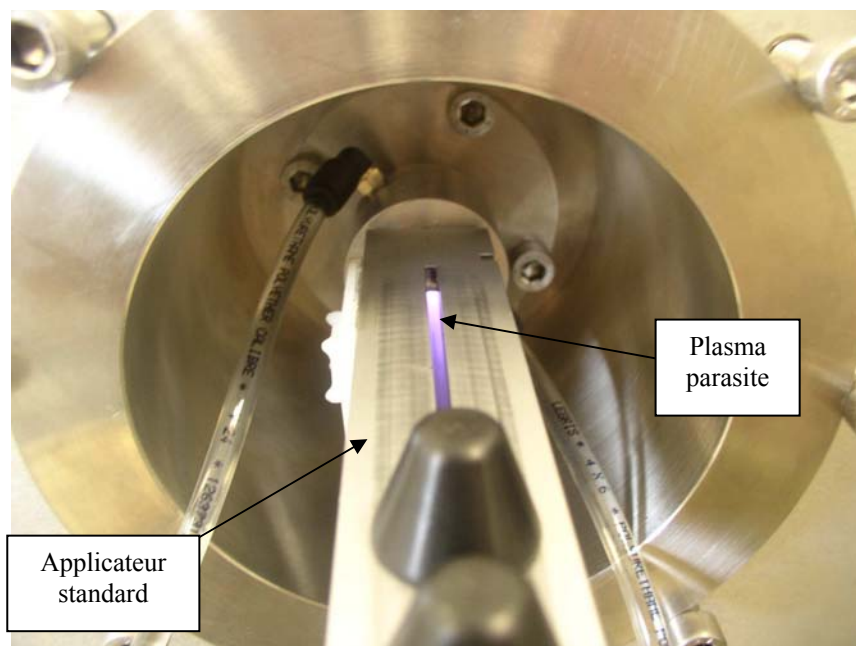
*Figure 3.10 : Photo de la source élémentaire de génération 3.*



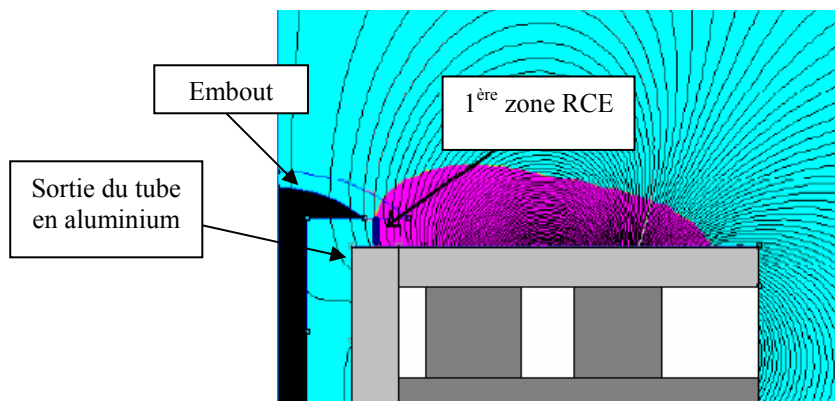
*Figure 3.11 : Schéma explicatif du rôle de protection de l'embout vis-à-vis du dépôt sur l'intérieur du tube en aluminium et sur le diélectrique.*

### 3.4. Amorçage du plasma

Dans un premier temps, des tests d'amorçage ont été réalisés en utilisant des aimants avec différentes valeurs de champ rémanent et en modifiant les dimensions des aimants utilisés, les dimensions géométriques des embouts, ainsi que l'épaisseur du gap. Lorsque le gap est supérieur à 5 mm et que la zone RCE est trop proche de l'intérieur du tube en aluminium de l'applicateur, l'amorçage du plasma est difficile en raison de l'apparition d'un plasma parasite dans le guide d'onde au niveau du gap (Fig. 3.12). Afin de rendre la taille du gap moins critique, il est nécessaire d'augmenter simultanément le diamètre de l'embout utilisé et d'éloigner la première zone RCE (Fig. 3.13) de la sortie du tube en aluminium afin d'éviter l'amorçage du plasma parasite. Ce point a été vérifié expérimentalement avec les nombreux aimants et les différents embouts réalisés.



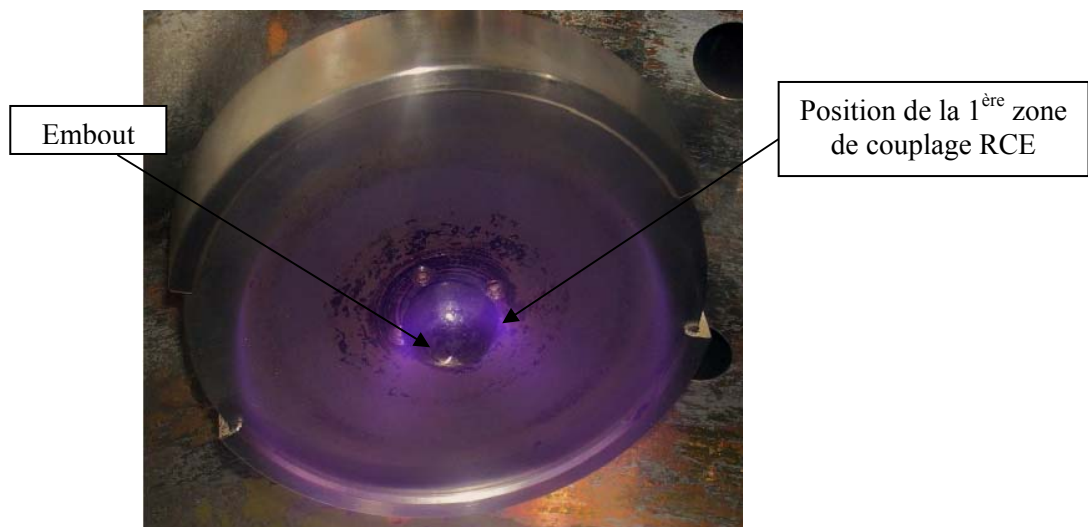
**Figure 3.12 :** Vue arrière du guide d'onde lorsqu'un plasma parasite s'amorce.



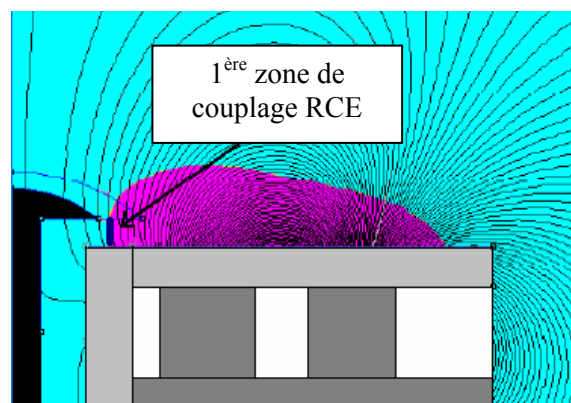
**Figure 3.13 :** Schéma montrant la position de la 1<sup>ère</sup> zone RCE par rapport à l'embout et la sortie du tube en aluminium.

Une fois le problème du plasma parasite résolu, l'amorçage s'est révélé être satisfaisant puisqu'une puissance incidente seuil de 30 W est suffisante, et ce quelles que soient les conditions opératoires, nature du gaz et pression, dans le domaine de 1 à 4 mTorr. Les Figs. 3.14 à 3.17 montrent les photos des plasmas créés par cette nouvelle source ainsi que les positions des zones de couplage RCE correspondantes lorsque la puissance incidente augmente, avec un gap constant de 3 mm.

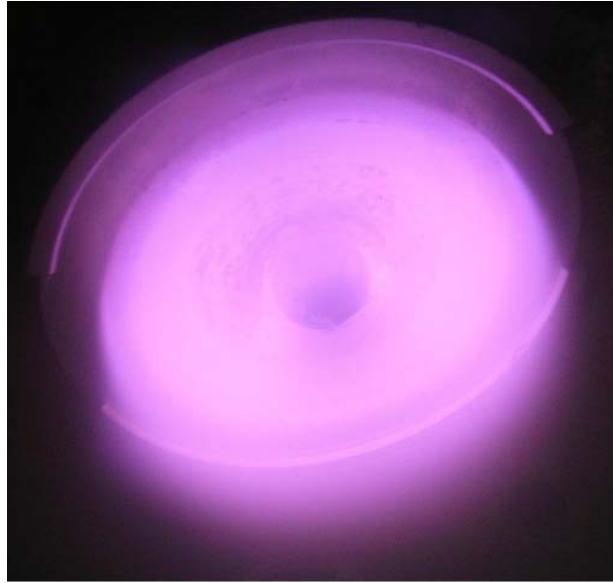
On peut observer que la première zone de couplage RCE à être allumée est celle qui est la plus proche de l'embout. Lorsque la puissance incidente augmente, une autre zone de couplage RCE s'allume subitement avec une puissance incidente légèrement supérieure à 50 W. La Fig. 3.18 permet de distinguer clairement la zone de couplage RCE proche de l'embout de la deuxième zone de couplage RCE à l'aide d'un plasma d'oxygène. Il n'apparaît que ces deux zones de couplage car ce sont les seules localisations où le champ électrique micro-onde a une forte composante perpendiculaire au champ magnétique.



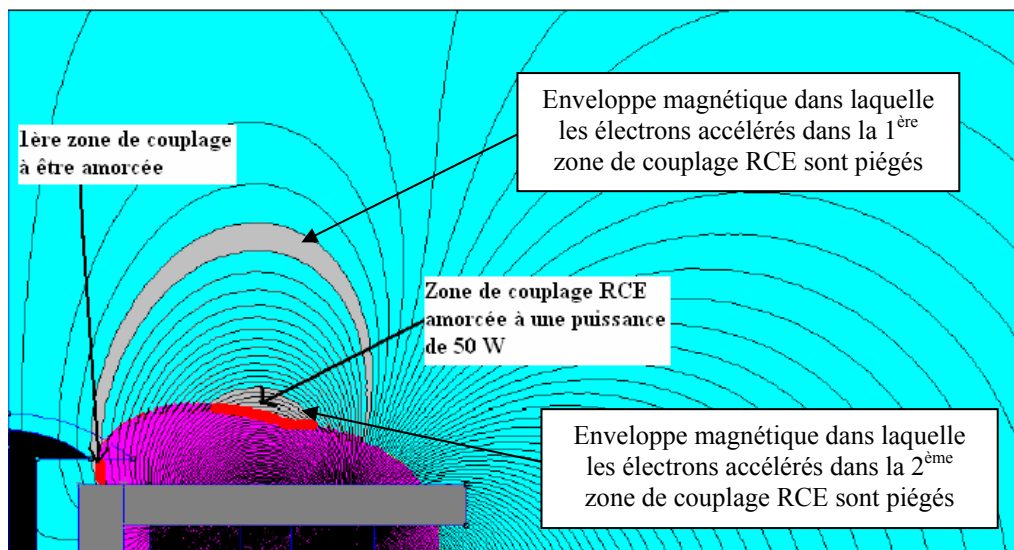
**Figure 3.14 :** Photo du plasma obtenu à une puissance inférieure à 50 W (gap de 3 mm, pression argon 2 mTorr).



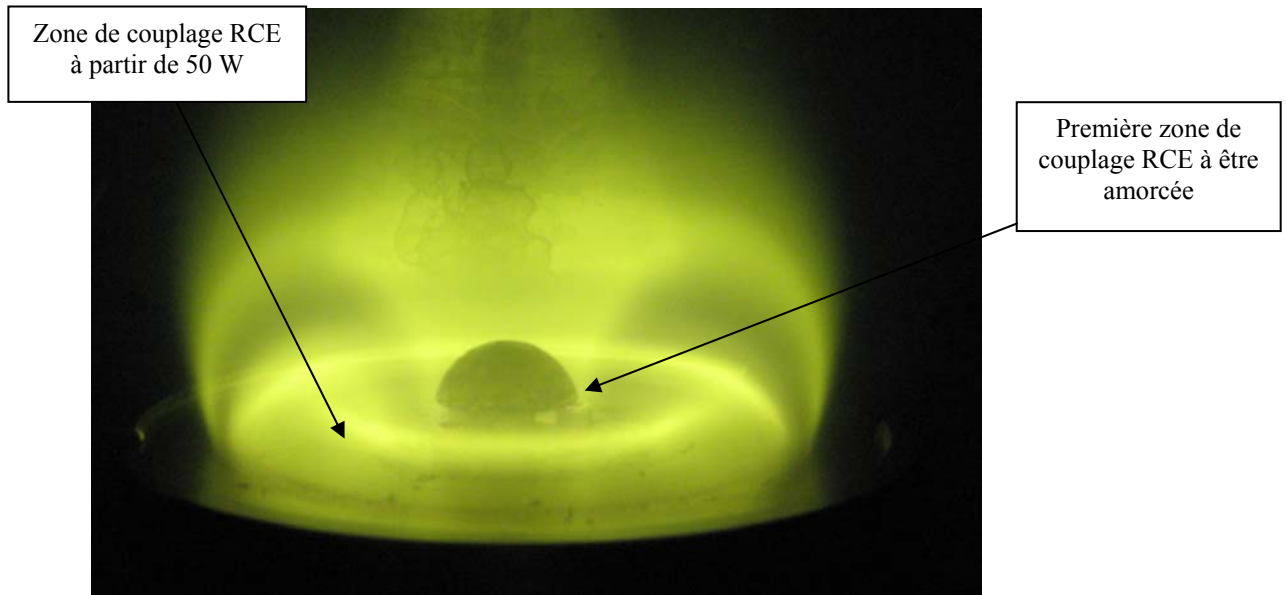
**Figure 3.15 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) correspondant au plasma obtenu à une puissance inférieure à 50 W (cf. Fig. 3.14).



**Figure 3.16 :** Cliché du plasma obtenu avec une puissance de 50 W (gap 3 mm, pression argon 2mTorr).



**Figure 3.17 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) correspondant au plasma obtenu à une puissance supérieure à 50 W (cf. Fig. 3.16).



**Figure 3.18 :** Photo du plasma obtenu dans l'oxygène (gap de 3 mm, pression 3 mTorr, puissance micro-onde 100 W).

### 3.5. Paramètres plasma en fonction des conditions opératoires

La caractérisation électrique du plasma a été réalisée avec une source de diamètre 110 mm, avec un gap de 3 mm, et avec un embout en forme de champignon de diamètre 20 mm et de hauteur 8 mm. Cette caractérisation a été réalisée avec une sonde cylindrique à partir d'une distance axiale de 30 mm par rapport au plan de la source (Fig. 3.19).

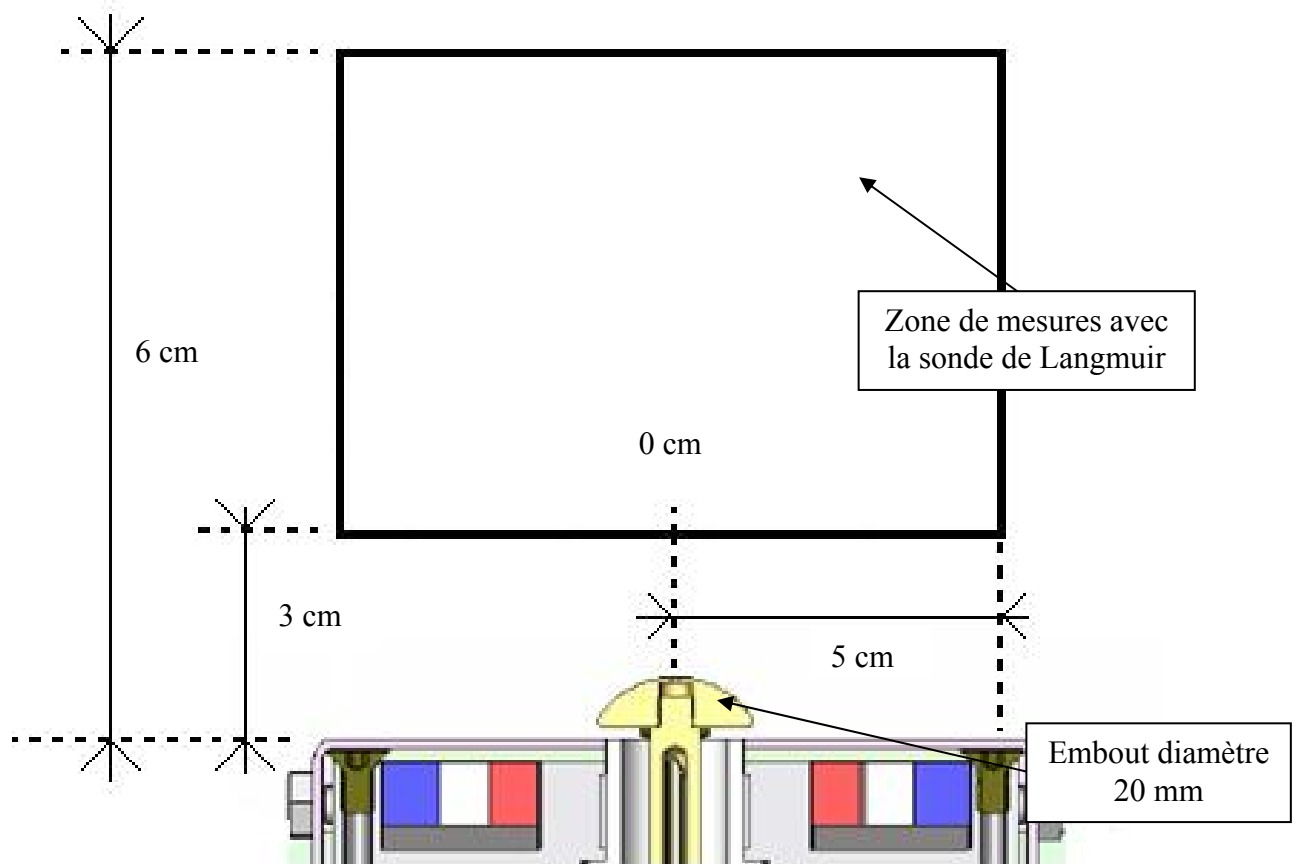
Les Figs. 3.20 à 3.25 montrent la cartographie des densités ioniques et des températures électroniques pour plusieurs pressions d'argon utilisées : 1, 2 et 3 mTorr (puissance micro-onde 75 W). Sur ces figures, on peut observer une chute de la température électronique et une densité ionique moyenne qui augmente lorsque la pression augmente.

L'évolution de ces paramètres plasma en fonction de la pression met en évidence une modification de la répartition spatiale de la densité ionique alors que la répartition spatiale de la température électronique n'est quasiment pas modifiée. Ceci s'explique par le fait que lorsque la pression augmente les collisions élastiques et inélastiques augmentent, les électrons accélérés dans les zones de couplage RCE se dépiègent ainsi plus du champ magnétique, et diffusant ainsi plus facilement vers les zones de faible densité. De plus, les différentes conditions opératoires peuvent conduire à des localisations différentes des zones de couplage RCE où le transfert de puissance est réalisé, ce qui peut expliquer également des différences de répartition spatiale de la densité ionique.

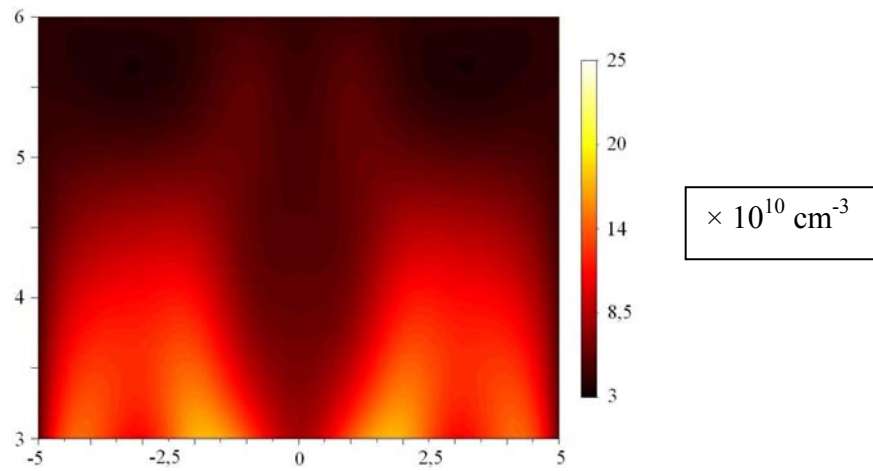
Les Figs. 3.26 à 3.31 montrant l'évolution des densités ioniques et des températures électroniques pour plusieurs puissances incidentes utilisées (50, 75 et 100 W, pression d'argon 1 mTorr) mettent également en avant une modification de la répartition spatiale de la densité ionique. Ceci s'explique par des localisations différentes des zones de couplage RCE lorsque la puissance augmente.



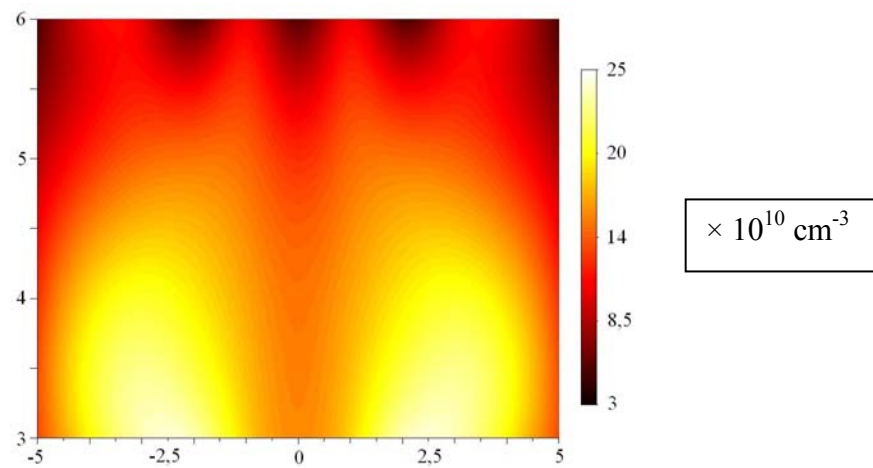
Ces différentes mesures montrent que la création du plasma par les électrons chauds accélérés dans les zones de couplage RCE se fait à des distances axiales par rapport au plan de la source différentes selon les conditions opératoires. Par conséquent, il est préférable de positionner les pièces à traiter à une distance supérieure à la distance nécessaire pour la création du plasma, soit une distance supérieure à 6 cm avec la configuration prototype testée.



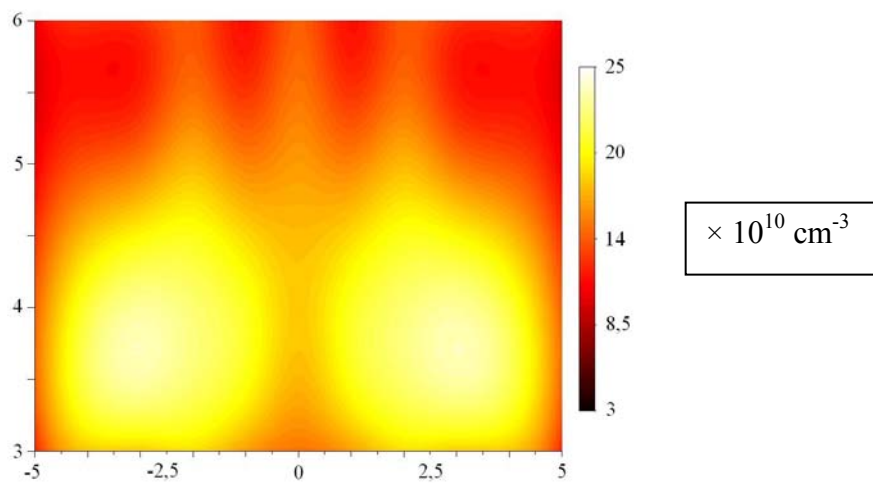
*Figure 3.19 : Schéma de la zone des mesures effectuées avec la sonde de Langmuir.*



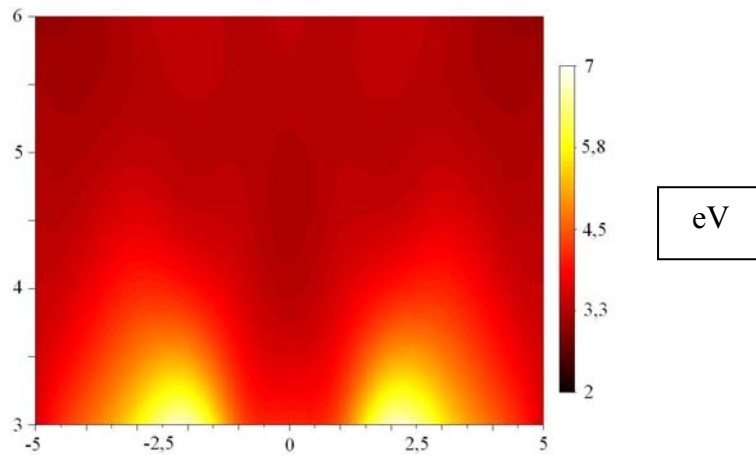
**Figure 3.20 :** Cartographie de la densité ionique (pression argon 1 mTorr, puissance micro-onde 75 W).



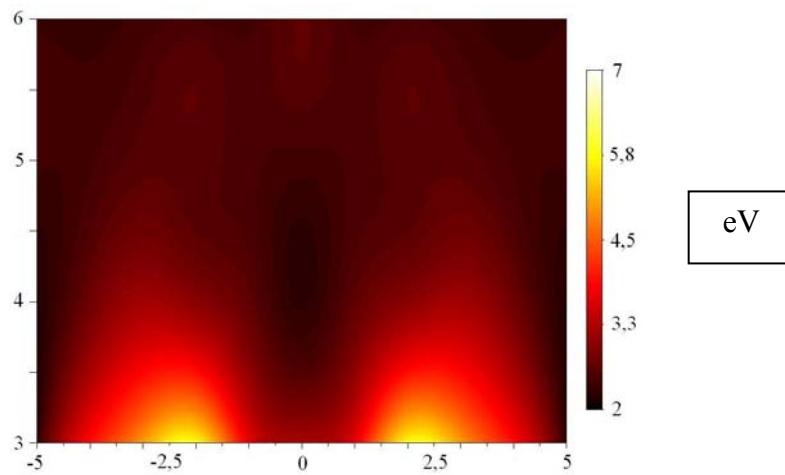
**Figure 3.21 :** Cartographie de la densité ionique (pression argon 2 mTorr, puissance micro-onde 75 W).



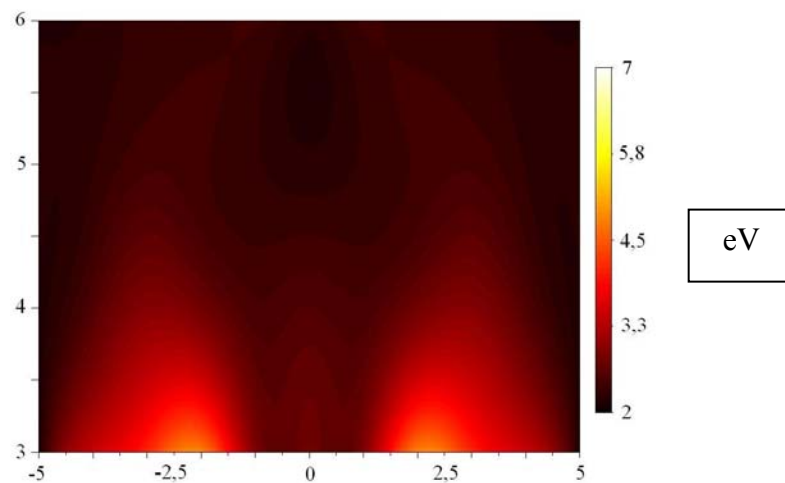
**Figure 3.22 :** Cartographie de la densité ionique (pression argon 3 mTorr, puissance micro-onde 75 W).



**Figure 3.23 :** Cartographie de la température électronique (pression argon 1 mTorr, puissance micro-onde 75 W).

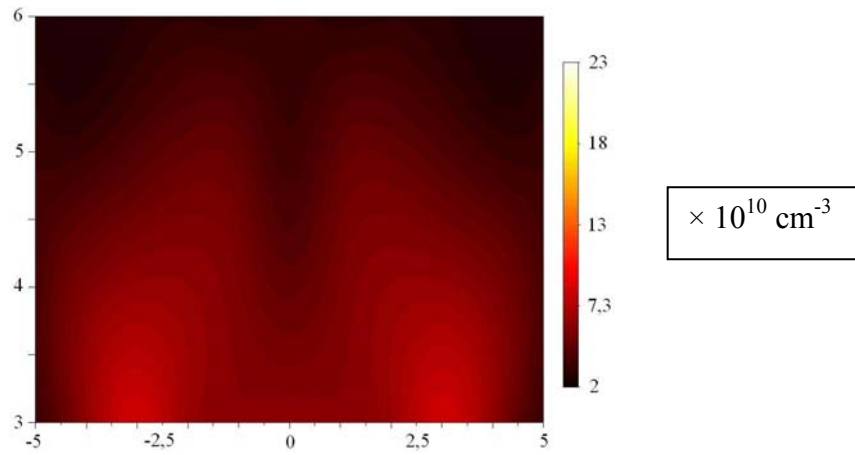


**Figure 3.24 :** Cartographie de la température électronique (pression argon 2 mTorr, puissance micro-onde 75 W).

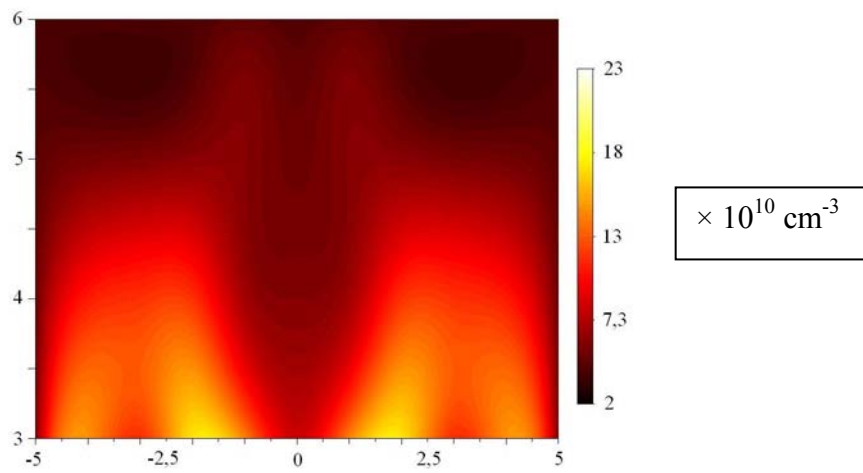


**Figure 3.25 :** Cartographie de la température électronique (pression argon 3 mTorr, puissance micro-onde 75 W).

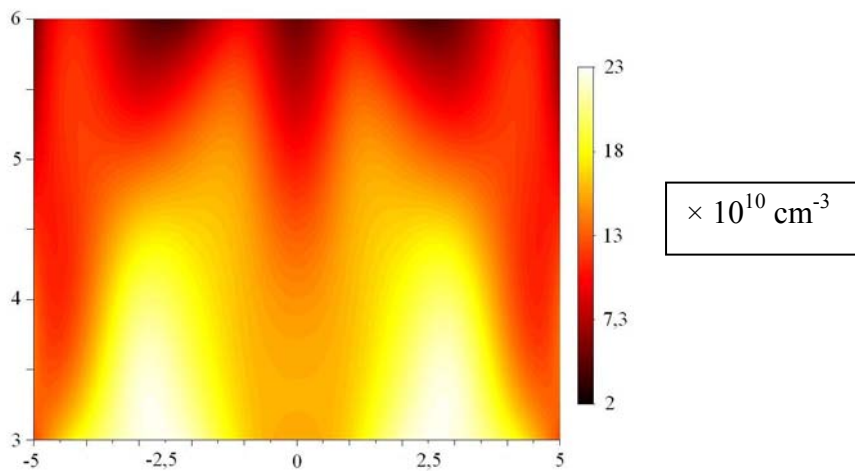




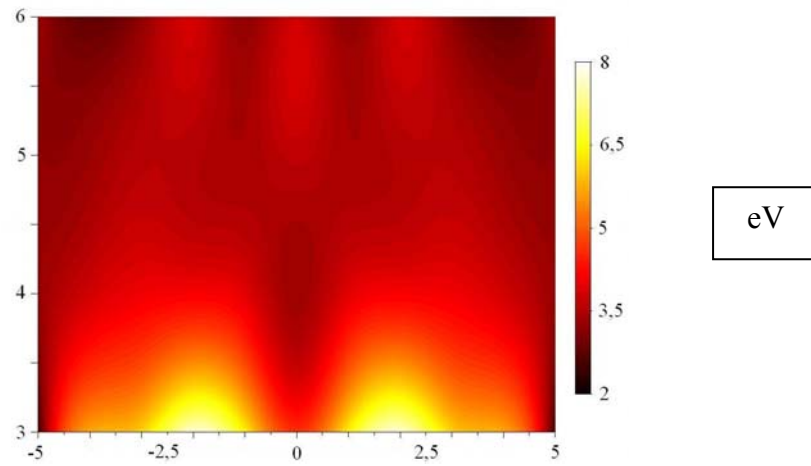
**Figure 3.26 :** Cartographie de la densité ionique (pression argon 1 mTorr, puissance micro-onde 50 W).



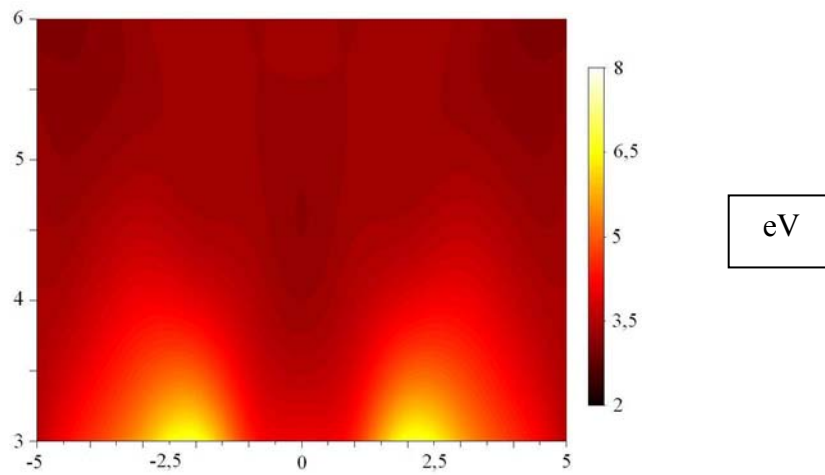
**Figure 3.27 :** Cartographie de la densité ionique (pression argon 1 mTorr, puissance micro-onde 75 W).



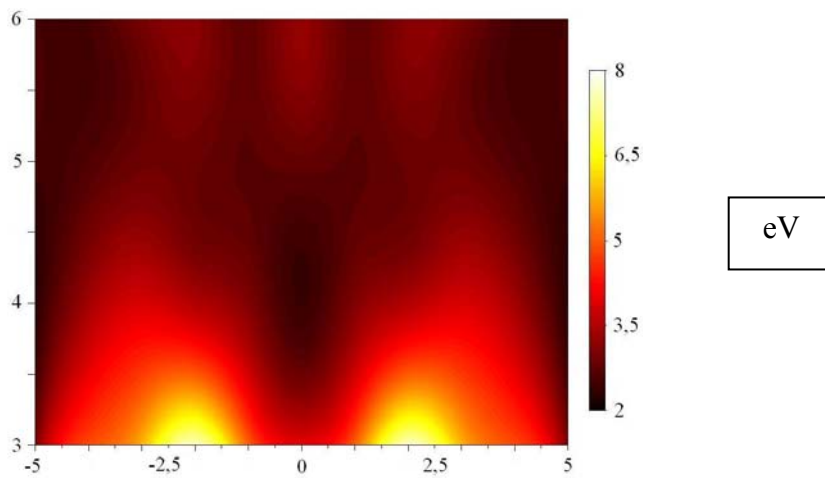
**Figure 3.28 :** Cartographie de la densité ionique (pression argon 1 mTorr, puissance micro-onde 100 W).



**Figure 3.29 :** Cartographie de la température électronique (pression argon 1 mTorr, puissance micro-onde 50 W).



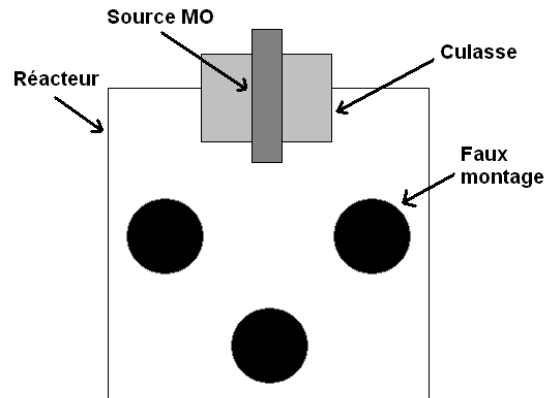
**Figure 3.30 :** Cartographie de la température électronique (pression argon 1 mTorr, puissance micro-onde 75 W).



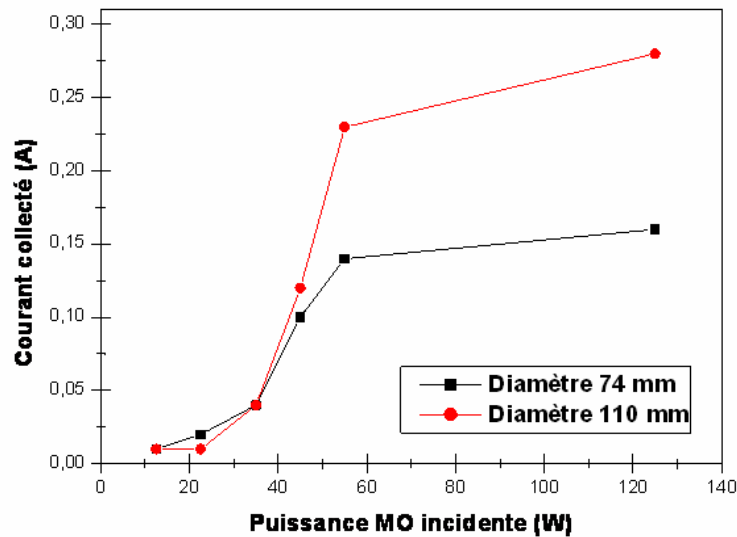
**Figure 3.31 :** Cartographie de la température électronique (pression argon 1 mTorr, puissance micro-onde 100 W).

### 3.6. Comparaison entre différentes configurations géométriques de source

Dans le but de comparer les performances d'une nouvelle source ayant un diamètre de 74 mm avec celle ayant un diamètre de 110 mm directement dans un réacteur industriel, des mesures de courant ont été réalisées en appliquant un potentiel DC de - 50 V sur des cylindres, appelés faux montages, comme indiqué sur la Fig. 3.32. La pression d'argon utilisée pendant cette série de mesure est de 4 mTorr.



*Figure 3.32 : Vue de dessus du dispositif pour les mesures de courant utilisant des faux montages.*

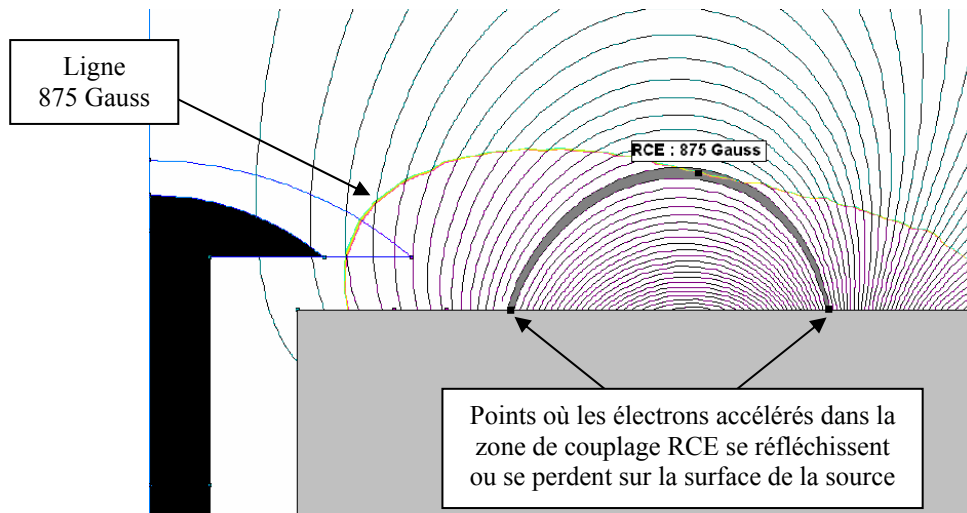


*Figure 3.33 : Évolution du courant collecté sur les faux montages en fonction de la puissance pour deux diamètres différents, avec embout de diamètre 20 mm et hauteur 8 mm.*

L'évolution du courant collecté sur les faux montages en fonction de la puissance pour les deux diamètres (Fig. 3.33) montre que le courant collecté est plus important avec la source de diamètre 110 mm qu'avec celle de diamètre 74 mm, ce qui peut s'expliquer par un volume des zones RCE plus important avec la source de diamètre 110 mm, ainsi que par un taux de

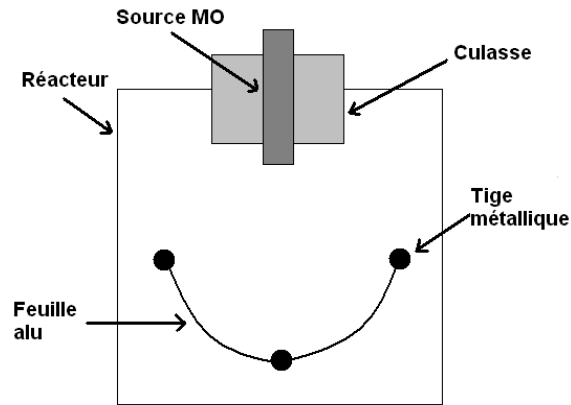
réflexion aux points miroirs (Annexe B) des électrons accélérés dans les zones de couplage RCE plus important avec le diamètre 110 mm où les aimants utilisés ont des tailles plus importantes.

En effet, le taux de réflexion aux point miroirs (cf. Équ. 2.2 et Fig. 3.34) est de l'ordre de 60 % avec la diamètre 110 mm contre 50 % environ avec le diamètre 74 mm. On remarque par ailleurs que, lorsque la deuxième zone de couplage RCE est amorcée, à partir d'une puissance micro-onde incidente de l'ordre de 55 W, le courant collecté croît moins fortement avec l'augmentation de la puissance incidente.



**Figure 3.34 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) de la nouvelle source micro-onde.

Une deuxième série de mesures a été réalisée afin de comparer les performances de la nouvelle source avec celles d'une source élémentaire standard. Cette série de mesures a également permis de comparer les performances en termes de densité ionique de la nouvelle source en utilisant plusieurs embouts. Le dispositif utilisé (Fig. 3.35) est différent du premier car les faux montages utilisés pour la première série de mesure risquaient de collecter des électrons chauds accélérés dans les zones de couplage RCE avec la source élémentaire standard et non avec la nouvelle source. Avec ce nouveau dispositif, seuls les ions du plasma sont collectés et aucun des électrons chauds ne risque de perturber la mesure. Les conditions utilisées sont : pression d'argon de  $4,5 \times 10^{-3}$  mbar, puissance micro-ondes incidente de 110 W, et potentiel DC de - 50 V sur la feuille d'aluminium.



**Figure 3.35 :** Vue de dessus du dispositif utilisé pour la deuxième série de mesures.

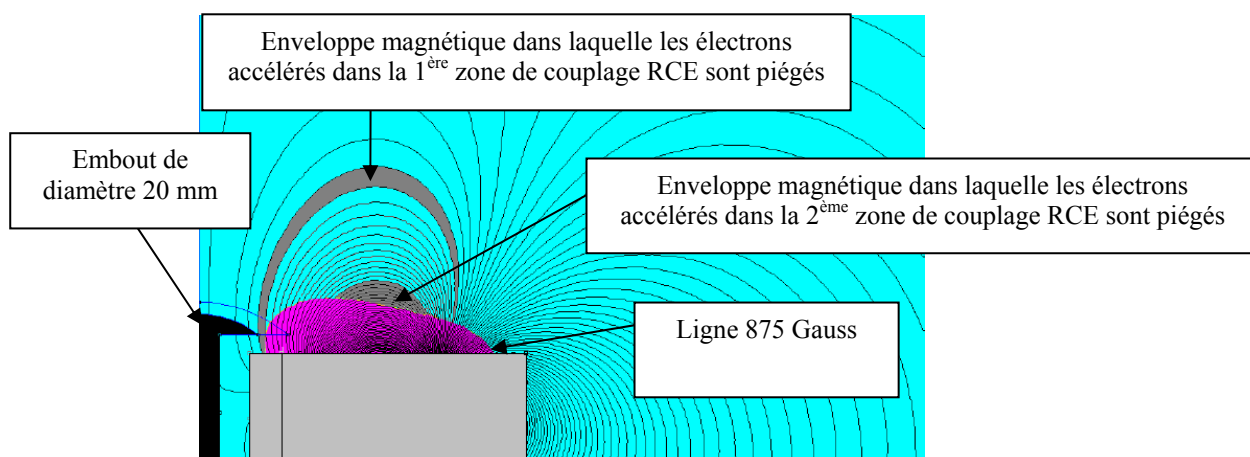
	Forme	Diamètre (mm)	Hauteur (mm)	Courant collecté (mA)
0	Source standard			20
1	Champignon	20	8	100
2	Champignon	20	14	60
3	Champignon	25	8	50
4	Disque	25	8	40
5	Champignon	30	8	70
6	Champignon	30	14	70

**Tableau VIII :** Courant collecté en fonction de l'embout utilisé.

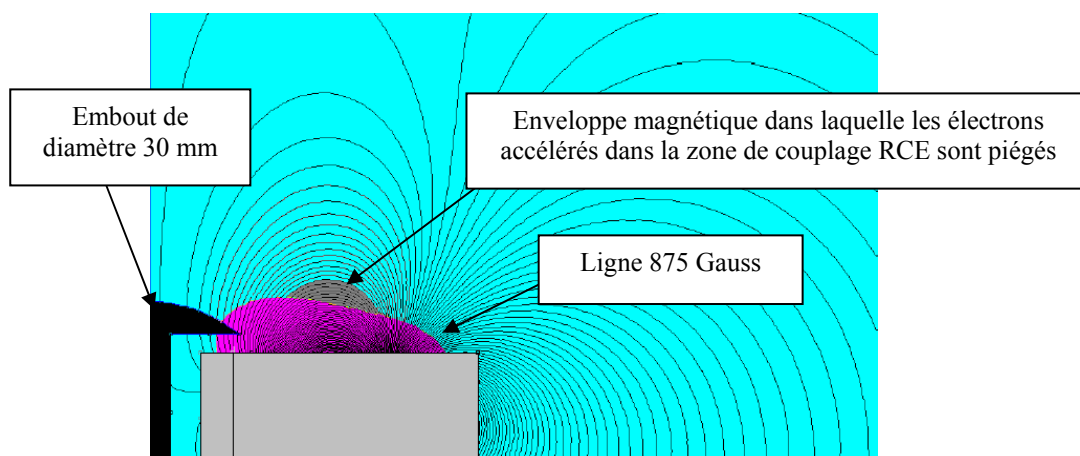
Le courant collecté avec une source élémentaire standard est de 20 mA. Les courants collectés avec les différents embouts utilisés pour la nouvelle source, résumés dans le Tableau VIII montrent que, quel que soit l'embout utilisé, la nouvelle source permet d'obtenir une densité ionique supérieure au niveau des pièces que celle atteinte avec une source élémentaire standard. L'embout en forme de champignon ayant le diamètre et la hauteur les plus faibles permet d'obtenir la densité ionique la plus importante. Ceci s'explique par le fait que lorsqu'on augmente le diamètre de l'embout, on empêche la création de la première zone de couplage RCE observée sur la Fig. 3.14, ce qui nuit à l'efficacité de la source. Une hauteur trop importante réduit également le courant collecté car l'embout intercepte plus d'électrons créés dans les zones de couplage RCE et guidés par les lignes de champ magnétique, ce qui augmente les pertes des électrons à la surface de l'embout.

On ne remarque pas de différence notable entre l'embout en forme de champignon et l'embout en forme de disque (possédant la même hauteur et le même diamètre). Le courant collecté plus important avec l'embout en forme de champignon de diamètre 30 mm par rapport à celui ayant un diamètre de 25 mm peut s'expliquer par une modification de la localisation des zones de couplage RCE qui conduit à une augmentation de la création d'électrons ou à une diminution des pertes.

Les Figs. 3.36 et 3.37 représentent des configurations magnétiques permettant de comprendre la différence d'efficacité entre un embout en forme de champignon de diamètre 20 mm et un embout de diamètre 30 mm.



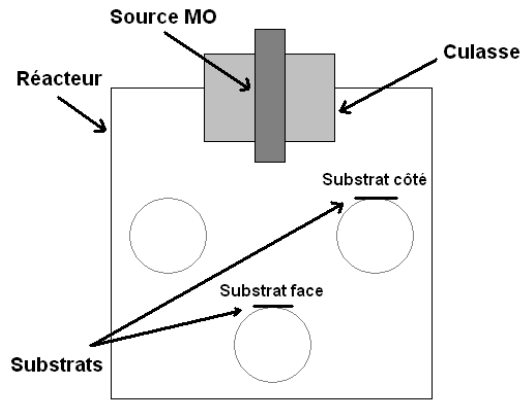
**Figure 3.36 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) de la nouvelle source avec le champignon de diamètre 20 mm.



**Figure 3.37 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) de la nouvelle source avec le champignon de diamètre 30 mm.

### 3.7. Tests de dépôt DLC et comparaison avec la source élémentaire standard

Le remplacement de la source micro-ondes actuelle par un applicateur de génération 3 peut entraîner des cinétiques des espèces réactives différentes en termes de répartition spatiale dans le réacteur et de concentrations des espèces contribuant au dépôt [56] :  $C_2H$ ,  $H$ ,  $C_2$ ,  $C_2H_3$ ,  $C_2H_4$ ,  $C_2H_5$ ,  $C_2H_2^+$ ,  $C_2H^+$ ,  $H^+$ ,  $Ar^+$ ,  $C_2^+$ . La première série de dépôts a pour objectif de comparer l'épaisseur déposée en statique sur deux substrats placés à la même hauteur que la nouvelle source comme indiqué sur la Fig. 3.38 afin de détecter une éventuelle différence de répartition d'épaisseur selon la largeur et la longueur du réacteur, entre une source élémentaire standard et la nouvelle source.



**Figure 3.38 :** Vue de dessus de la configuration du dépôt en statique.

Les résultats résumés dans le Tableau IX montrent que l'on obtient une épaisseur plus importante loin et face à la source avec la nouvelle source qu'avec la source élémentaire standard. Ceci démontre que l'on a bien une répartition spatiale des espèces réactives différentes selon le type d'applicateur micro-onde utilisé, et que le principal changement attendu est bien celui d'une épaisseur de dépôt plus importante face à l'applicateur avec la nouvelle source (augmentation de 165 %).

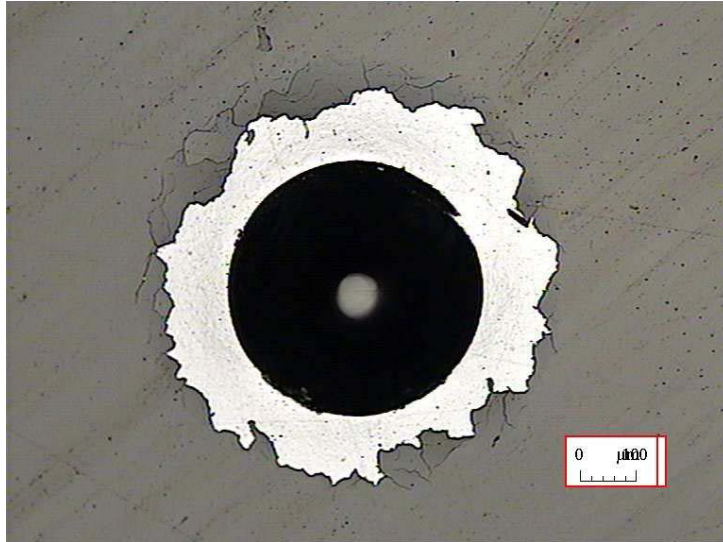
	Source élémentaire standard	Nouvelle source
Substrat face	0,68 $\mu\text{m}$	1,8 $\mu\text{m}$
Substrat côté	1,95 $\mu\text{m}$	1,73 $\mu\text{m}$

**Tableau IX :** Épaisseurs obtenues en fonction de la position du substrat et de l'applicateur utilisé.

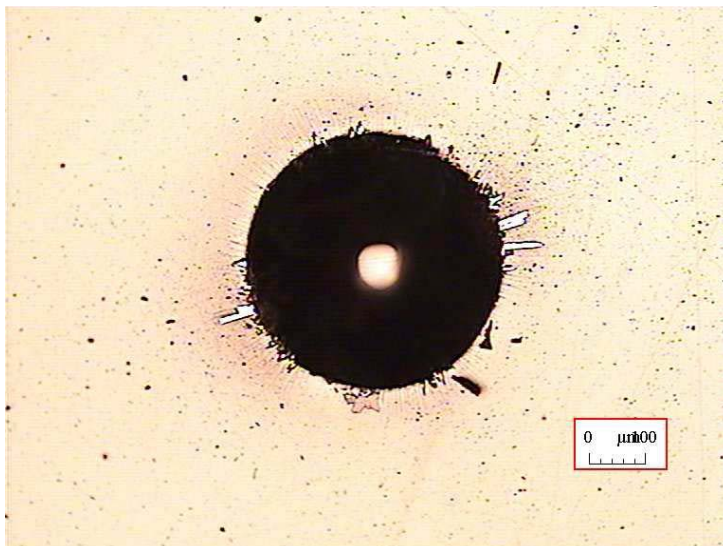
Une deuxième série de dépôts, cette fois en mode dynamique, a été effectuée en plaçant au milieu de la hauteur du réacteur une seule source micro-onde. Quatre faux montages ont été installés dans le réacteur et un seul substrat a été mis sur un des faux montages à la même hauteur que la source. Les résultats (Tableau X) montrent que l'épaisseur est sensiblement la même dans les deux cas mais que la dureté et le module d'Young (Annexe C) sont nettement plus élevés avec l'utilisation de la nouvelle source. Les tests d'adhérence effectués avec une indentation HRC (Figs. 3.39 et 3.40) montrent que la couche est plus adhérente avec la nouvelle source. Ceci s'explique par un flux d'ions bombardant le substrat plus important avec la nouvelle source pendant l'étape de décapage par des ions d'argon avant le dépôt de DLC, et pendant l'étape de dépôt DLC.

	Source élémentaire standard	Nouvelle source
Épaisseur ( $\mu\text{m}$ )	2,08	2,21
Dureté (Hv)	2538	3583
Module d'Young (GPa)	173	225

**Tableau X :** Épaisseurs et propriétés mécaniques des couches de DLC en fonction de la source utilisée.



*Figure 3.39 : Indentation HRC du dépôt de DLC obtenu avec la source élémentaire standard.*

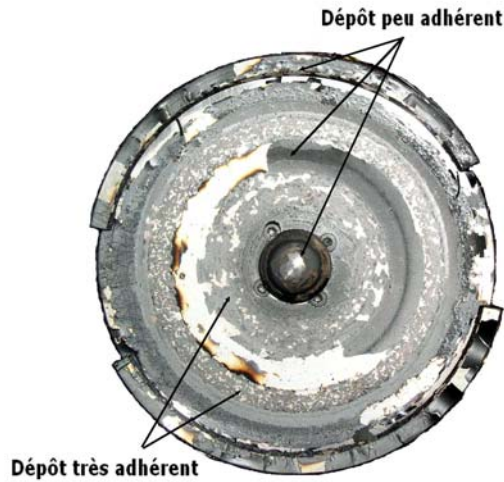


*Figure 3.40 : Indentation HRC du dépôt de DLC obtenu avec la nouvelle source.*

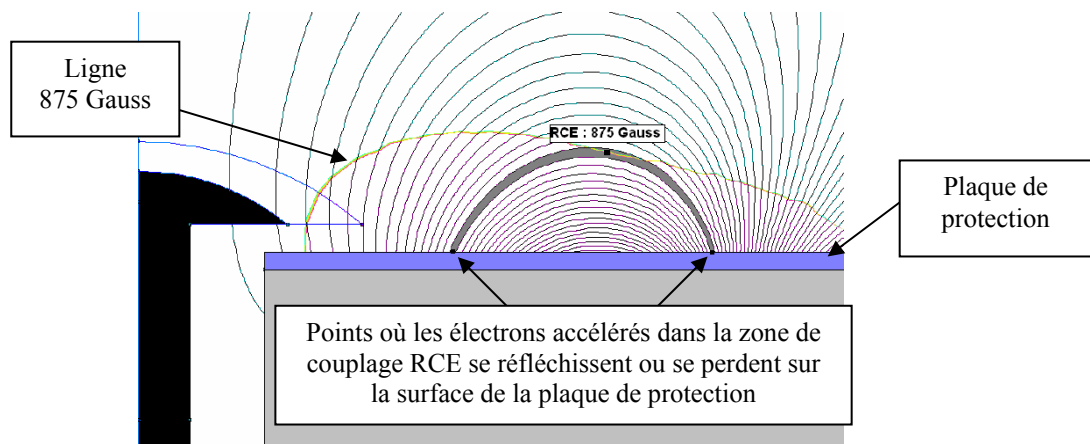
### 3.8. Évolution de la source après plusieurs dépôts DLC

La photographie de la nouvelle source après plusieurs dépôts (Fig. 3.41) montre que le dépôt le plus adhérent ne se fait plus au niveau de l'antenne micro ondes mais sur la face du système magnétique en contact avec le plasma réactif. On remarque que celui-ci n'est pas uniforme visuellement et qu'il semble se décoller par endroits. Ce dépôt adhérent justifie la nécessité de placer une plaque de protection sur le système magnétique. Celui-ci devra néanmoins ne pas présenter une épaisseur trop importante afin de ne pas trop diminuer le module du champ magnétique au niveau de la surface où les électrons se réfléchissent ou se perdent sur la surface (Fig. 3.42), et donc de ne pas dégrader le rendement de la source micro-onde.





*Figure 3.41 : Photographie du nouvel applicateur après une série de dépôts DLC.*



*Figure 3.42 : Configuration magnétique (logiciel FEMM) de la nouvelle source avec la plaque de protection.*

### 3.9. Conclusions sur le chapitre

Une nouvelle source de génération 3 a été conçue avec une nouvelle configuration magnétique favorisant la diffusion vers les pièces à traiter du plasma créé par les électrons accélérés dans les zones de couplage RCE.

Plusieurs caractéristiques de la nouvelle source ont été mises en évidence dans ce chapitre :

- i) La densité ionique atteinte au niveau des pièces à traiter est supérieure à celle obtenue avec une source élémentaire standard.
- ii) Il est nécessaire de positionner les pièces à traiter à une distance minimale de 6 cm face à la source afin de ne pas interférer avec la création du plasma.

- iii) Les performances de la nouvelle source dépendent des dimensions géométriques de cette dernière ainsi que de l'embout utilisé. La source de diamètre 110 mm avec embout en forme de champignon de diamètre 20 mm et hauteur 8 mm a présenté les meilleurs résultats.
- iv) La répartition en épaisseur du dépôt selon la largeur et la longueur du réacteur est plus homogène avec la nouvelle source qu'avec la source élémentaire standard.
- v) Les propriétés mécaniques des couches de DLC obtenues sont différentes selon le type de source utilisée.
- vi) L'évolution de la nouvelle source après plusieurs dépôts de type DLC a démontré l'utilité de placer une plaque de protection sur la surface de la source.

De plus, l'intégration de cette nouvelle structure magnétique dans la paroi du réacteur est envisageable avec cette génération de sources micro-ondes, ceci permettra de réduire l'encombrement dans les réacteurs et d'améliorer le refroidissement.

# Développement d'une source étendue

## 4. Développement d'une source étendue

### 4.1. Introduction

Dans le but d'obtenir la meilleure uniformité des traitements de type DLC, une source étendue a été réalisée en s'appuyant sur une extension d'échelle à partir du concept présenté dans le Chapitre 3.

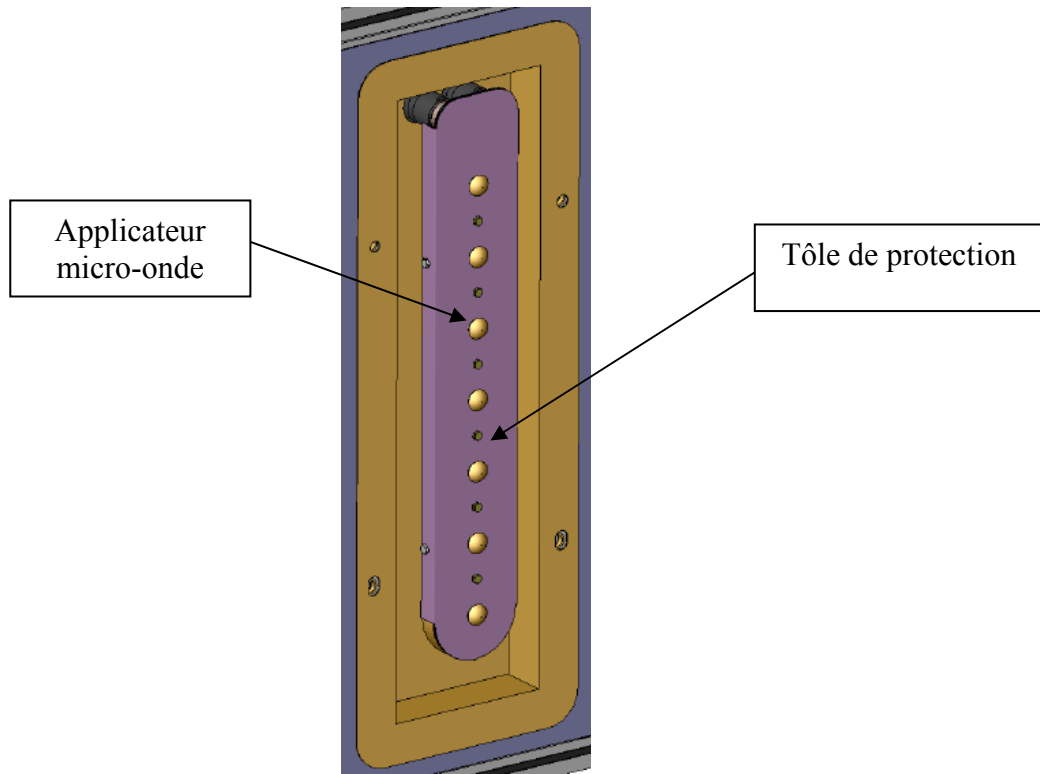
Après la présentation de la configuration de la source étendue en Section 4.1, l'amorçage et l'entretien d'un plasma d'argon sont présentés dans la Section 4.2. L'étude des paramètres pouvant influencer sur l'amorçage du plasma fait l'objet de la Section 4.3. Les performances de la source étendue en termes de densité ionique, d'uniformité et de caractéristiques mécaniques des dépôts DLC sont ensuite présentées dans les Sections 4.4 et 4.5. Les modifications de la source étendue pour améliorer l'amorçage et l'entretien du plasma sont décrites dans la section 4.6.

### 4.2. Configuration de la source étendue

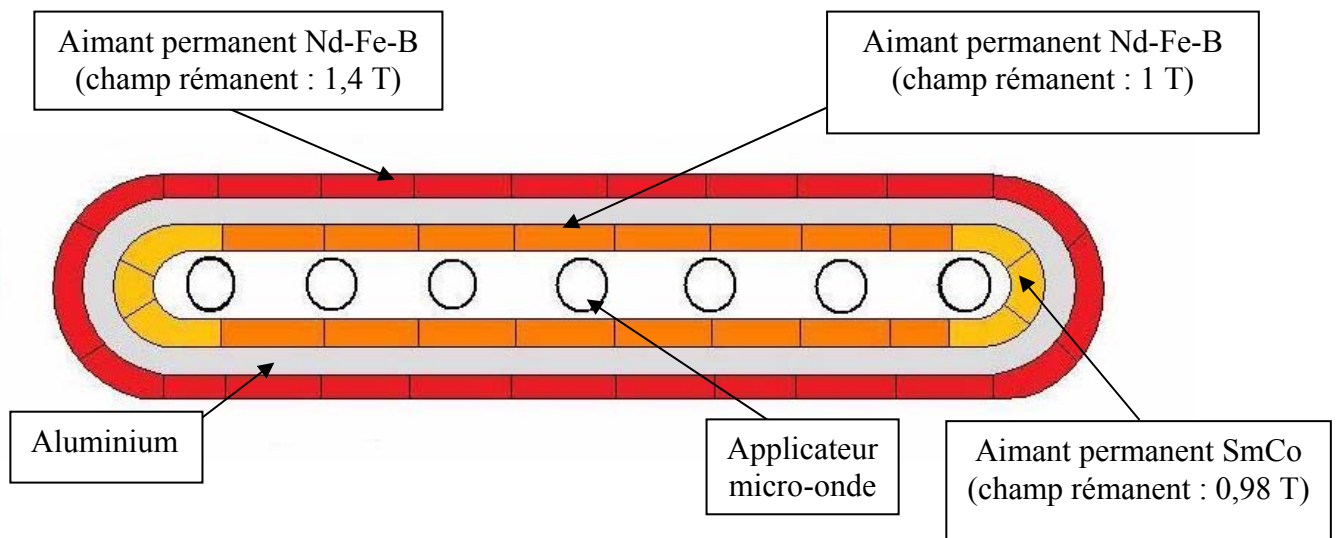
Comme le montrent les résultats d'uniformité des couches de DLC déposées avec une ligne de sources élémentaires standard (cf. Figs. 1.20 et 1.21), le fait d'utiliser plusieurs sources de plasma élémentaires peut limiter les performances en termes d'uniformité des dépôts. Par conséquent, pour éviter l'utilisation de plusieurs sources individuelles de génération 3 telles que présentées dans le chapitre précédent, une extension d'échelle a été réalisée (Fig. 4.1).

Cette nouvelle configuration est basée sur une combinaison de la technologie magnétron et celle des applicateurs micro-onde, en s'appuyant sur le concept des sources de génération 3. En effet, un circuit magnétique fermé a été réalisé en positionnant plusieurs aimants et en répartissant les applicateurs micro-onde à l'intérieur du circuit magnétique comme indiqué sur la Fig. 4.2.

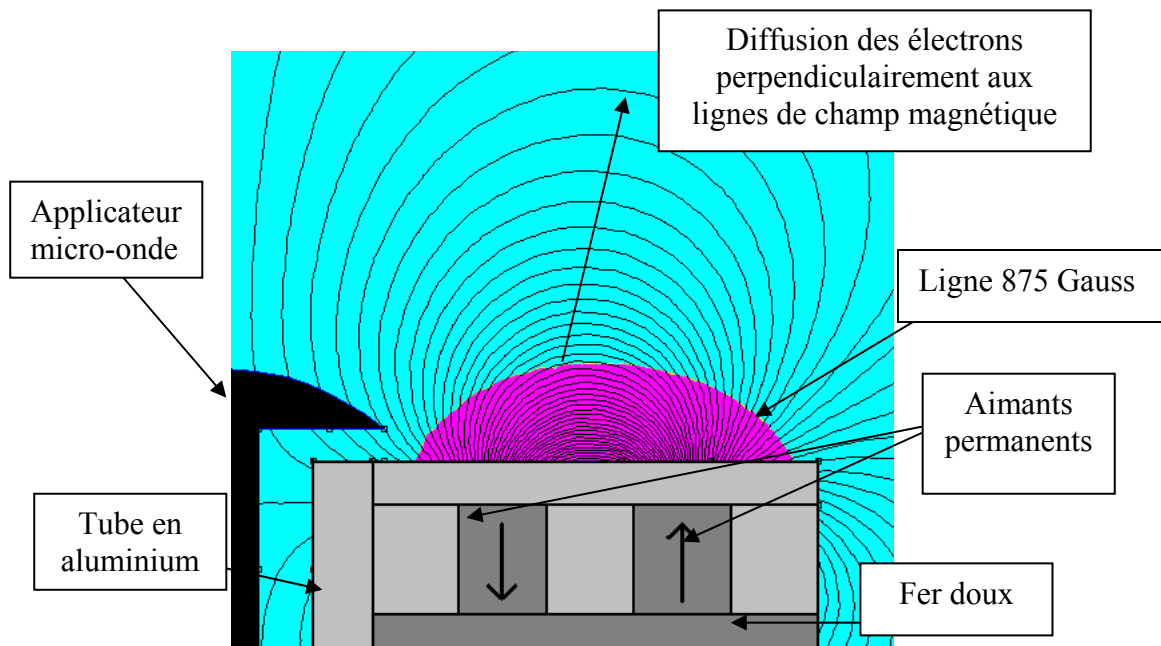
Le champ et le module du champ magnétique créés par les aimants sont différents entre la partie rectiligne de la source étendue et son extrémité (Figs. 4.3 et 4.4). La nature et les dimensions des aimants ont été définis de manière à obtenir des lignes de champ magnétique avec une symétrie très légèrement oblique vers l'extérieur dans la partie rectiligne (Fig. 4.3), et une symétrie très légèrement oblique vers l'intérieur aux extrémités (Fig. 4.4) pour limiter la perte d'électrons sur les parois haute et basse du réacteur. La Fig. 4.5 représente une vue de dessus de la source étendue avec les applicateurs micro-onde et les extrémités de la zone où le module du champ magnétique vaut 875 Gauss.



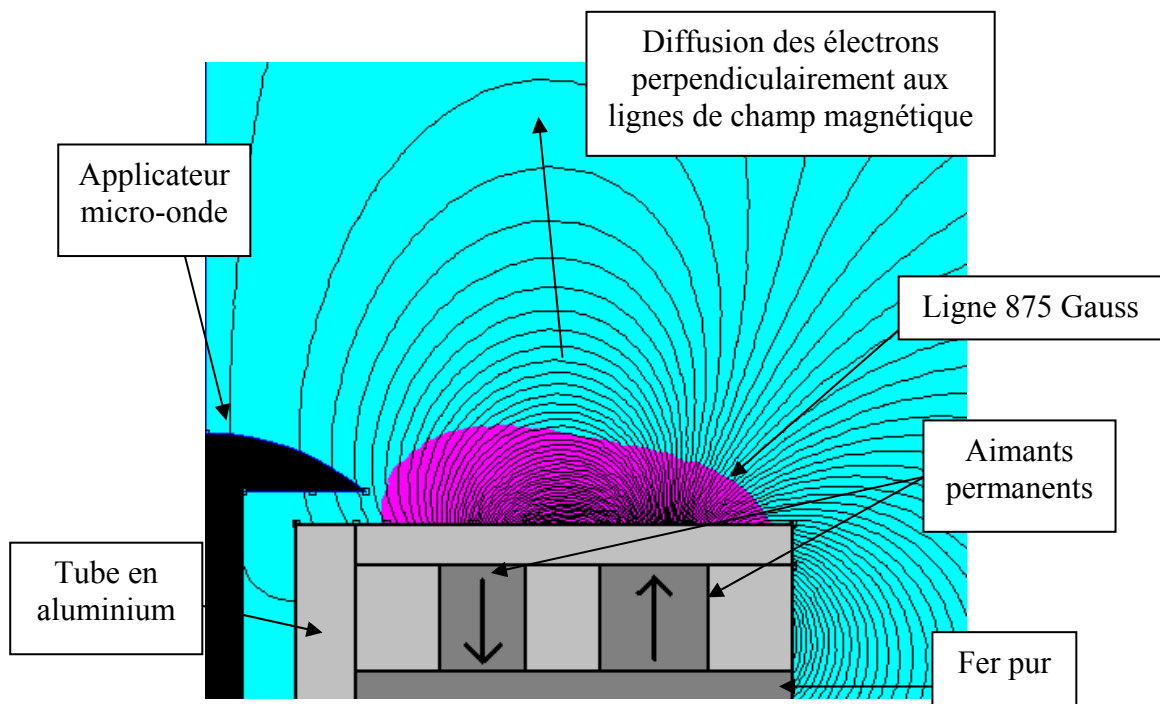
**Figure 4.1 :** Dessin de la source étendue de génération 3.



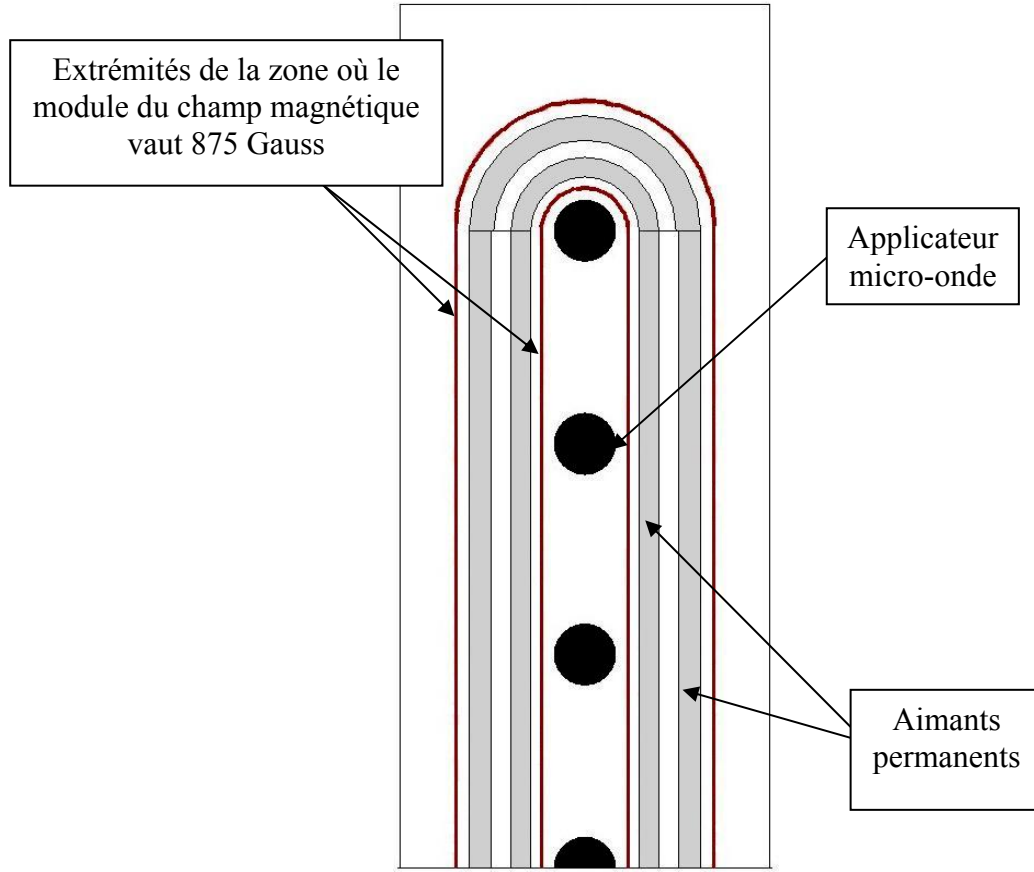
**Figure 4.2 :** Positionnement des aimants et des applicateurs micro-onde pour la nouvelle source étendue.



**Figure 4.3 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) dans la partie rectiligne de la source étendue.



**Figure 4.4 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) à l'extrémité de la source étendue.



**Figure 4.5 :** Vue de dessus de la source étendue avec la position des applicateurs et les extrémités de la zone où le module du champ magnétique vaut 875 Gauss.

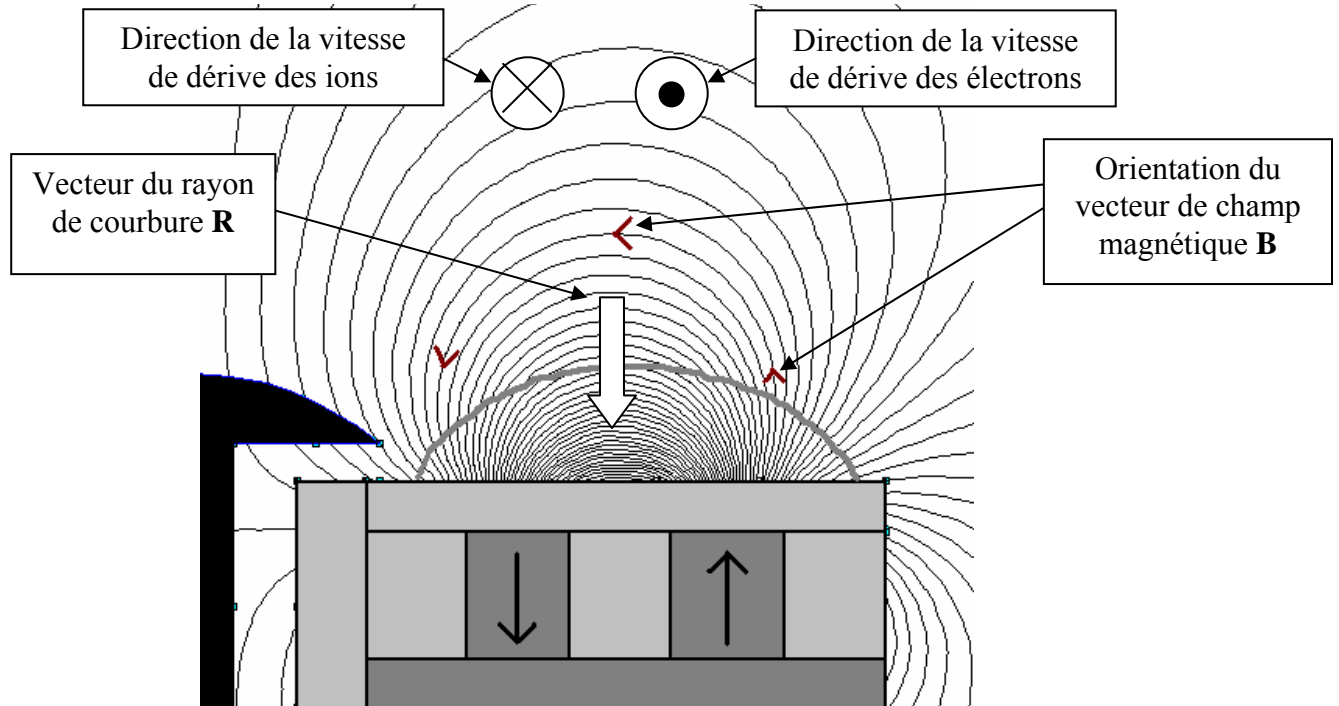
Comme pour un système magnétron standard, le système magnétique fermé suivant une configuration en piste [57,58] permet d'éviter des pertes importantes en électrons qui effectuent un mouvement de dérive le long des aimants permanents composant la structure magnétique [59-61].

A basse pression, les électrons chauds ou rapides, accélérés par le champ électrique micro-onde dans les zones de couplage RCE, se comportent, entre deux collisions, comme des particules indépendantes en mouvement dans le champ magnétique et le champ électrique de charge d'espace du plasma (Annexe A). Toutefois, comme la force exercée sur un électron rapide par le champ magnétique  $-e \mathbf{v} \times \mathbf{B}$  est très grande devant celle exercée par le champ électrique de charge d'espace  $-e \mathbf{E}$ , les trajectoires des électrons rapides ne sont pratiquement pas influencées par le champ électrique de charge d'espace. La vitesse de dérive globale  $\mathbf{v}_j$  d'une espèce  $j$  peut alors s'exprimer sous la forme [17] :

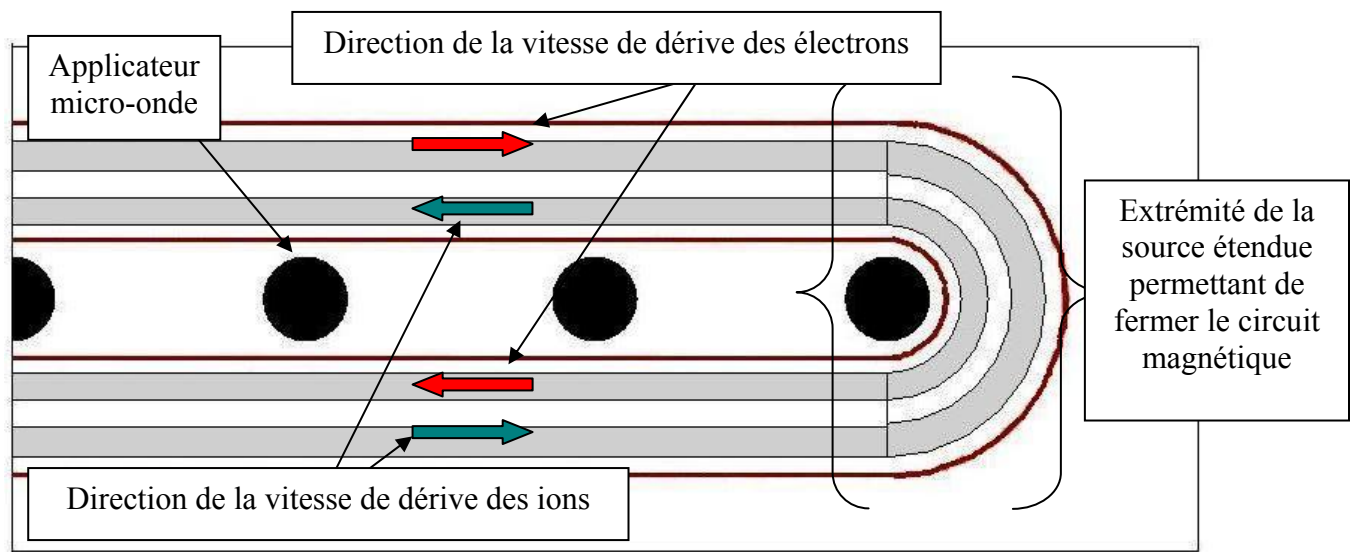
$$\mathbf{v}_j = \frac{m_j}{q_j} \left( v_{j//}^2 + \frac{1}{2} v_{j\perp}^2 \right) \frac{\mathbf{R} \times \mathbf{B}}{R^2 B^2}, \quad (4.1)$$

où  $v_{j//}$  et  $v_{j\perp}$  sont les vitesses parallèles et perpendiculaires au champ magnétique des espèces  $j$ ,  $m_j$  et  $q_j$  leur masse et leur charge électrique, et  $\mathbf{R}$  le vecteur du rayon de courbure du champ magnétique  $\mathbf{B}$ .

La Fig. 4.6 montre les vecteurs du champ magnétique  $\mathbf{B}$  et de son rayon de courbure  $\mathbf{R}$ , et donc la direction de la vitesse de dérive des ions et des électrons dans le système magnétique de la partie rectiligne de la source étendue. Les directions des vitesses de dérive des ions et des électrons sont également représentées sur la Fig. 4.7.



**Figure 4.6 :** Représentation schématique des vecteurs du champ magnétique  $\mathbf{B}$  et du rayon de courbure  $\mathbf{R}$ , et de la direction des vitesses de dérive des électrons et des ions dans le système magnétique de la partie rectiligne de la source étendue.



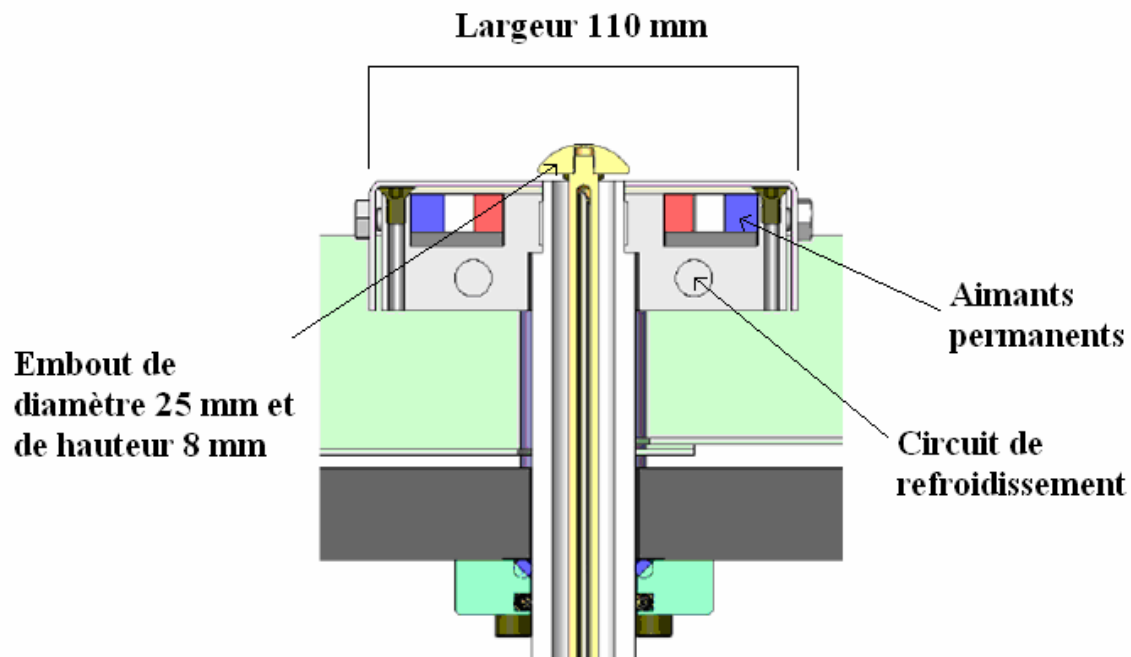
**Figure 4.7 :** Vue de dessus de la direction des vitesses de dérive des ions et des électrons.



Les caractérisations électriques de la source individuelle telle que décrite dans le Chapitre 3 avaient montré qu'un diamètre extérieur de 110 mm permettait d'obtenir les meilleures performances en termes de densité ionique pour une puissance micro-ondes donnée (Fig. 3.33). C'est pourquoi la largeur choisie de la source allongée est de 110 mm (Fig. 4.8). Les dimensions géométriques des embouts en forme de champignon sont un diamètre de 25 mm et une hauteur de 8 mm, afin d'éviter la création du plasma parasite au niveau du gap dans l'applicateur coaxial (cf. Chapitre 3).

Contrairement à la source de génération 3, le refroidissement se fait à l'arrière des aimants (Fig. 4.8). Cette modification permet d'obtenir un débit d'eau suffisant pour assurer un refroidissement efficace et fiable sur l'ensemble de la surface de la source étendue. Une tôle de protection vis-à-vis du dépôt est placée sur la surface de la source en contact avec le plasma. Comme pour la source élémentaire de génération 3, les applicateurs utilisés sont les mêmes que ceux utilisés pour les sources élémentaires standard et les embouts peuvent se visser et se dévisser sur l'âme centrale.

La source étendue a été conçue avec 7 points d'injection des micro-ondes, sur la base d'un diviseur 7 voies avec un pas de 86,7 mm entre les points d'injection. Le pas de 86,7 mm correspond à la demie longueur d'onde  $\lambda_g/2$  du guide d'onde rectangulaire permettant la division de puissance [18]. Il a été prévu 7 applicateurs micro-onde mais il est possible en fonctionnement d'utiliser un nombre inférieur d'applicateurs.



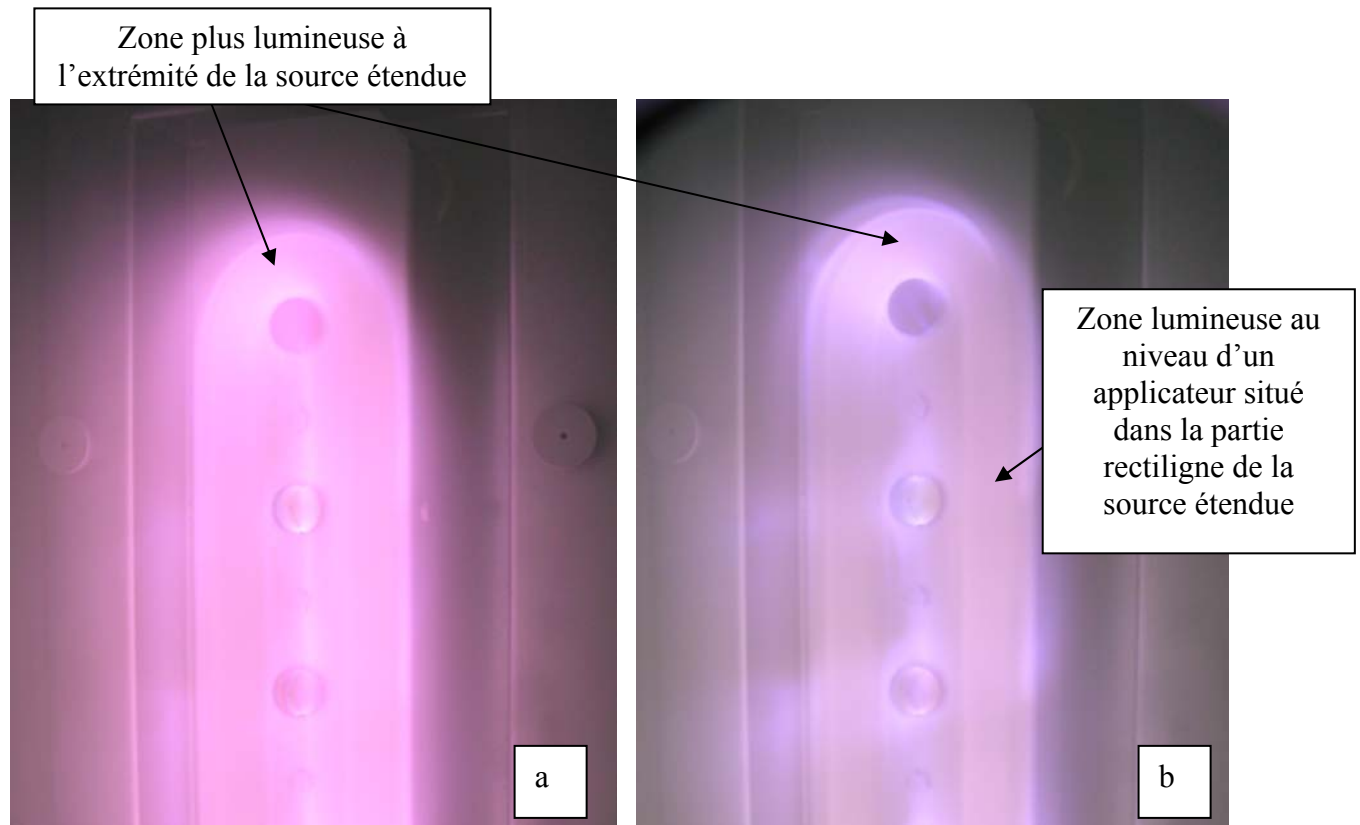
*Figure 4.8 : Schéma de principe et dimensions de la source étendue.*

### 4.3. Amorçage et entretien d'un plasma d'argon

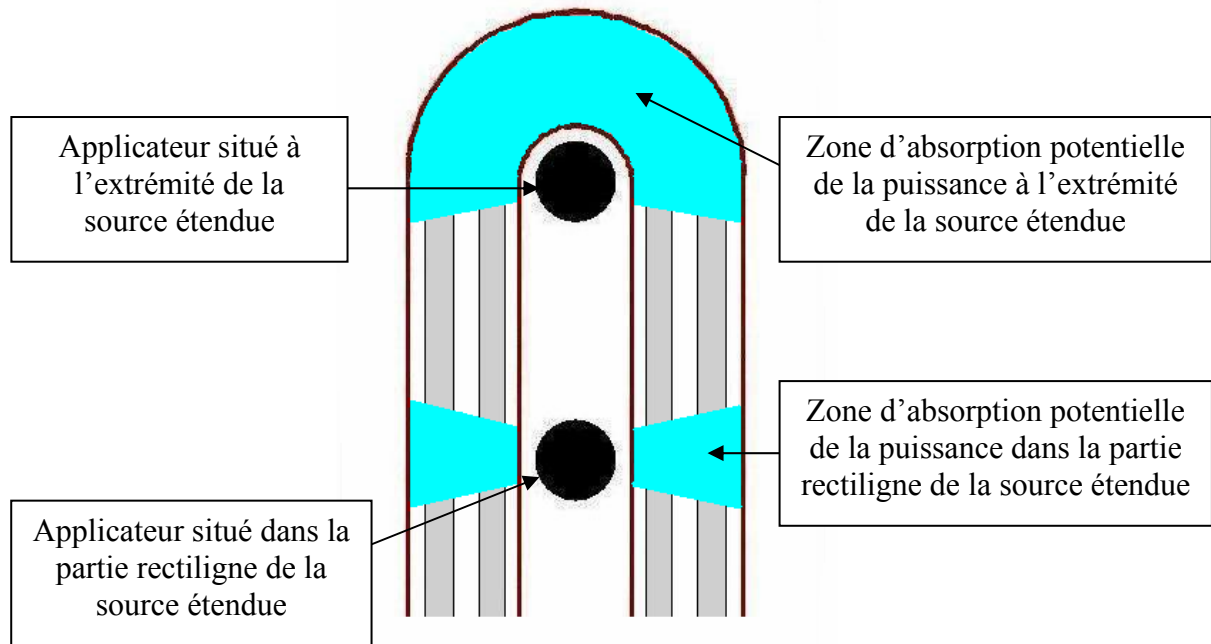
Les premiers tests ont révélé un amorçage du plasma très difficile. En effet, il est nécessaire de régler les adaptateurs d'impédance à vide pour obtenir le claquage du plasma, puis de régler les adaptateurs en présence du plasma pour réduire la puissance réfléchie.

La puissance micro-onde incidente nécessaire à l'amorçage est de 1200 W. Il a été également observé que, plus le nombre d'applicateurs est réduit, plus il est difficile d'amorcer le plasma. Le nombre minimal d'applicateurs permettant un amorçage, sans apport d'électrons primaires, est de 4. Une fois le plasma allumé, il a été observé un plasma plus intense aux extrémités de la source étendue que dans la partie rectiligne quelles que soient les conditions de puissance et de pression utilisées (Fig. 4.9). Ceci s'explique par le fait que la zone RCE couvre une plus grande zone autour d'un applicateur situé à une extrémité qu'autour d'un applicateur situé dans la partie rectiligne (Fig. 4.10).

Visuellement l'intensité lumineuse du plasma d'argon créé est plus uniforme suivant la longueur de la source à 1 mTorr qu'à 3 mTorr en raison d'une diffusion via les collisions des électrons chauds plus importante vers l'avant de la source à 3 mTorr.

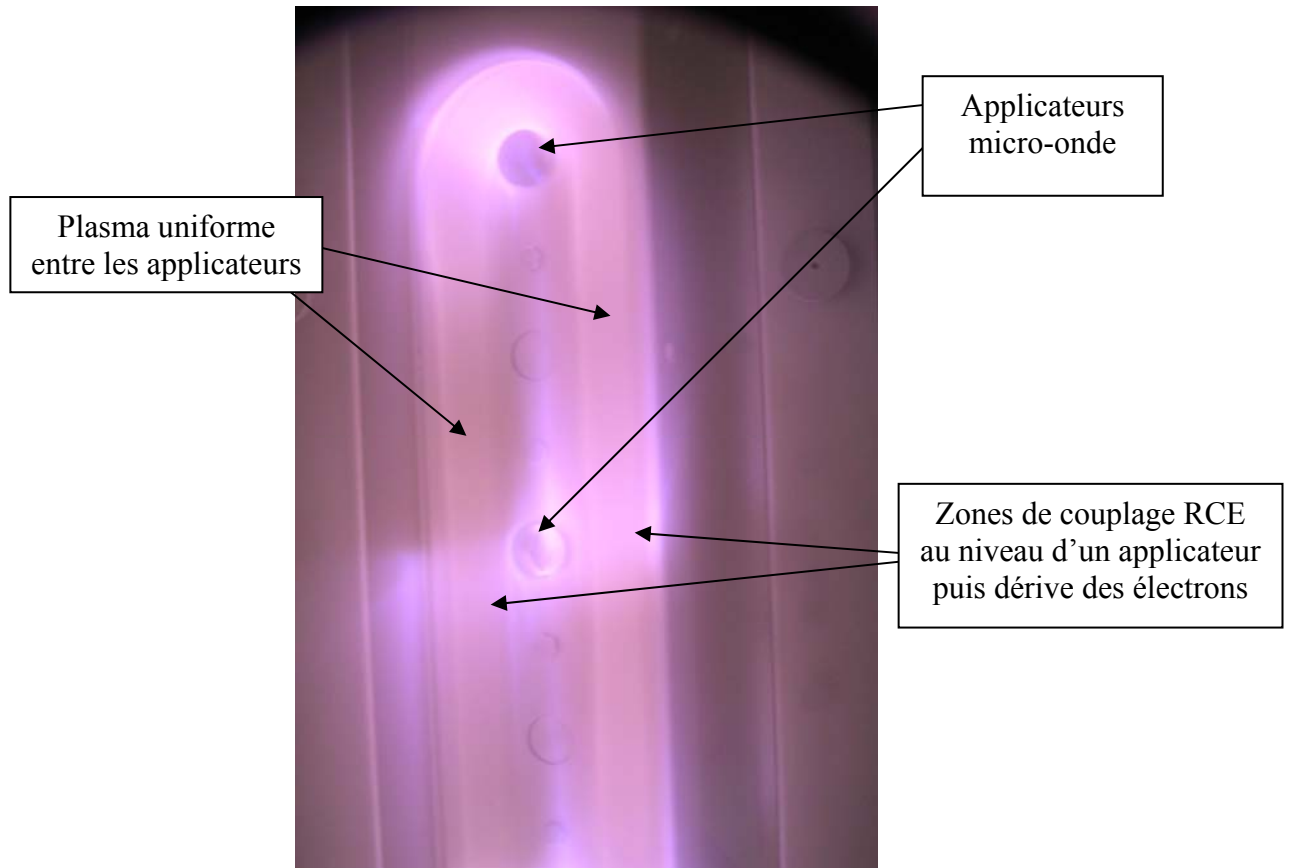


**Figure 4.9 :** Photo du plasma d'argon obtenu avec la source étendue et 7 applicateurs micro-onde, a) 1 mTorr et 1200 W ; b) 3 mTorr et 1200 W.

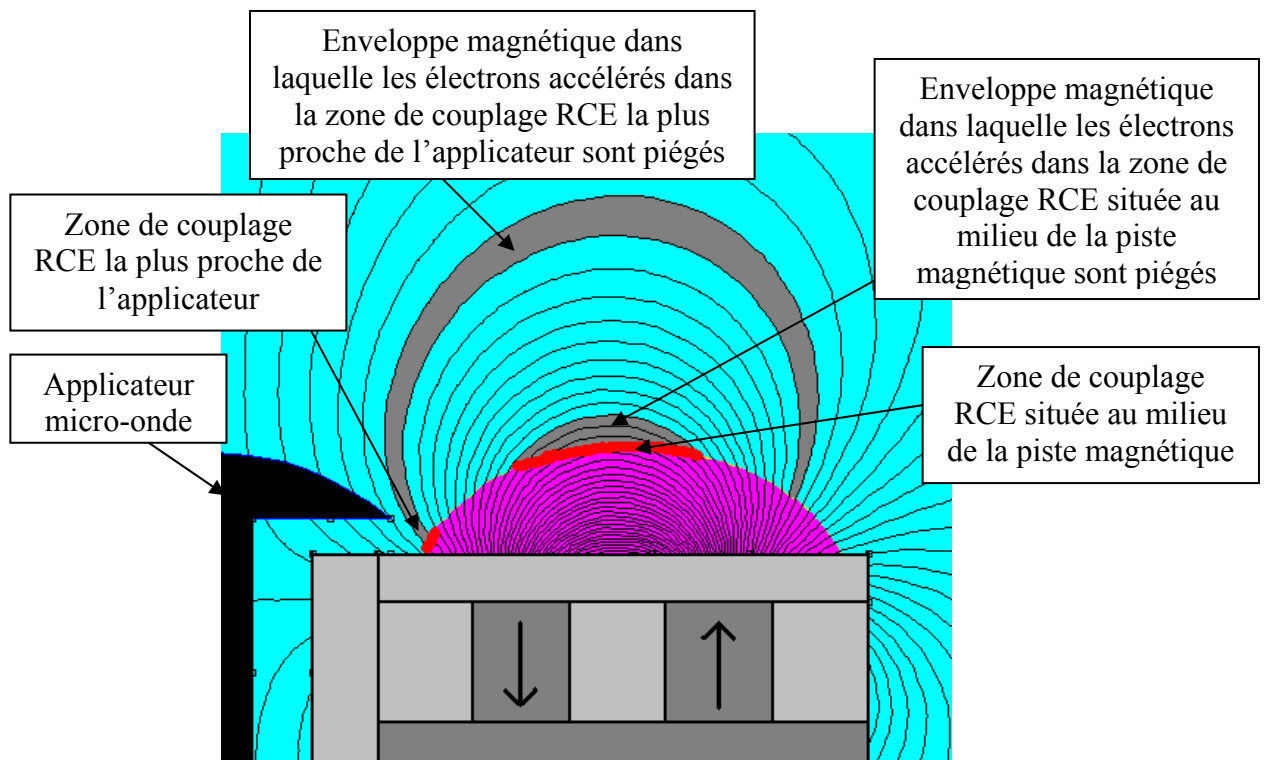


**Figure 4.10 :** Représentation schématique des zones d'absorption des micro-ondes pour un applicateur situé à l'extrémité de la source étendue et pour un applicateur situé dans sa partie rectiligne.

Le plasma d'argon créé avec l'utilisation uniquement de 4 applicateurs micro-onde permet de mieux visualiser l'intensité lumineuse au niveau de chaque applicateur alimenté (Fig. 4.11). Le plasma créé au niveau de l'extrémité de la source étendue est toujours aussi intense. L'intensité lumineuse au niveau du deuxième applicateur en partant du haut permet de voir qu'à droite de celui-ci la zone de plus forte intensité est légèrement plus haute, alors qu'à gauche de celui-ci la zone de plus forte intensité est légèrement plus basse. Ceci s'explique par le fait que la dérive des électrons chauds accélérés dans les zones de couplage RCE au niveau des applicateurs ne se fait pas dans la même direction selon que l'on soit à droite et à gauche de l'injection. En revanche, entre les applicateurs, le plasma apparaît uniforme en raison de la dérive des électrons accélérés dans les zones de couplage RCE (Fig. 4.11). Les zones très lumineuses observées au niveau des applicateurs par rapport à l'intensité lumineuse observée entre les applicateurs sont dues à l'amorçage de la zone de couplage RCE la plus proche de l'applicateur (Fig. 4.12).



**Figure 4.11 :** Photo du plasma d'argon obtenu avec la source étendue et 4 applicateurs micro-onde (pression argon 3 mTorr, puissance micro-onde 600 W).



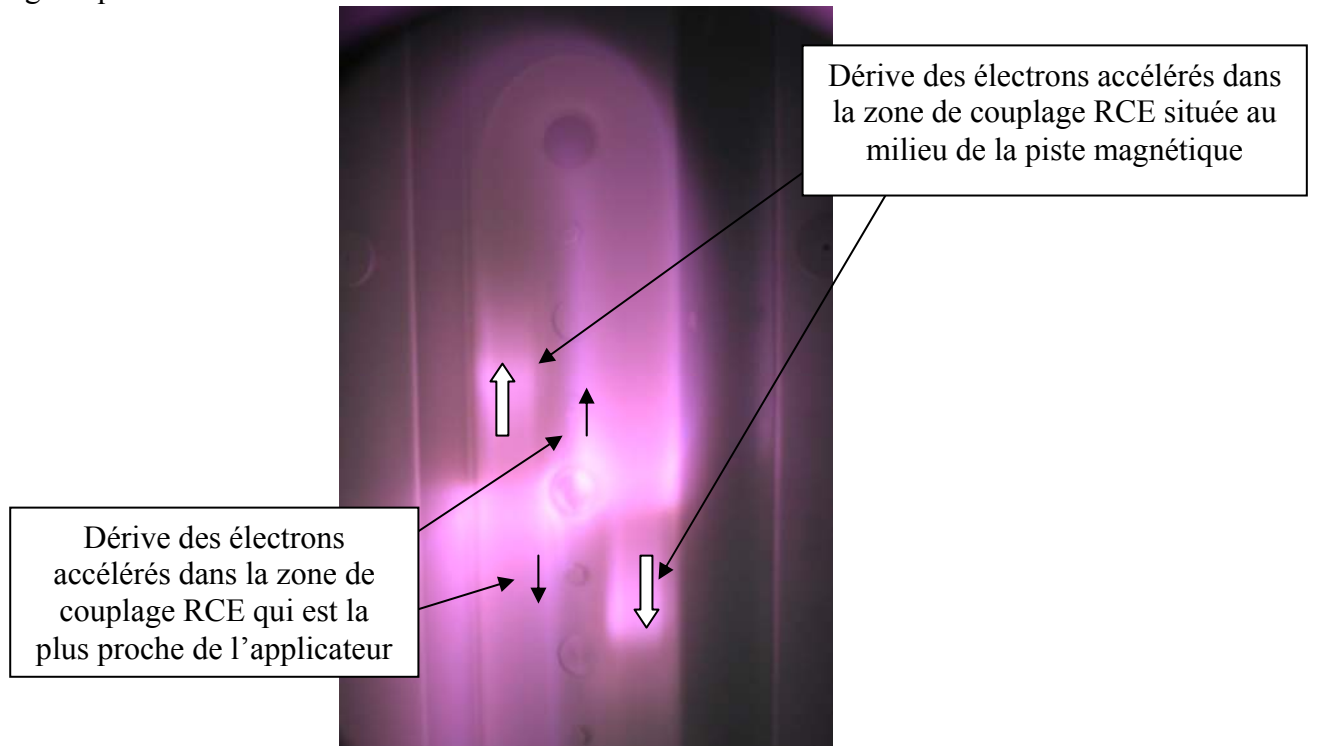
**Figure 4.12 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) correspondante au plasma obtenu avec une injection micro-onde dans la partie rectiligne de la source étendue.

Pour mieux observer les dérives des électrons, un seul applicateur micro-onde a été utilisé (Fig. 4.13). Les zones de couplage RCE et les dérives sont encore mieux mises en évidence, et on peut observer que la zone de couplage RCE la plus proche de l'applicateur accélère des électrons qui dérivent vers le haut à droite de l'applicateur et qui dérivent vers le bas de à gauche de l'applicateur. Le sens de dérive des électrons accélérés dans la zone de couplage située au milieu de la bande magnétique est l'inverse de celui des électrons créés dans la zone de couplage RCE la plus proche de l'injection.

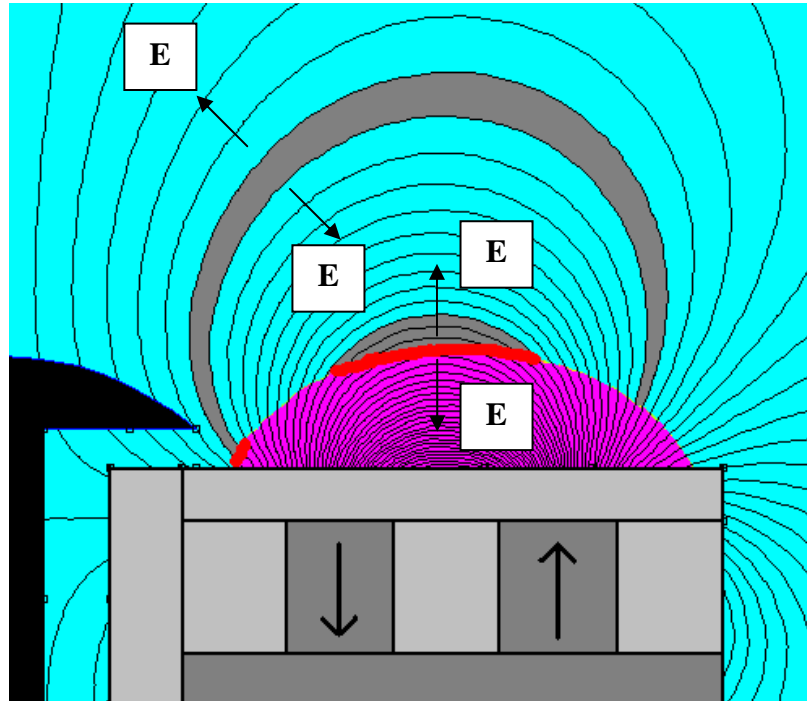
Or la direction de la vitesse de dérive des électrons ne devrait pas être modifiée quelle que soit la position de la zone de couplage RCE (cf. Figs. 4.6 et 4.7). La direction de la vitesse de dérive des électrons créés dans la zone de couplage RCE située au milieu de la piste magnétique correspond à la théorie, ce qui n'est pas le cas des électrons créés dans la zone de couplage RCE proche de l'injection. Par conséquent l'approximation qui consiste à négliger l'influence du champ électrique de charge d'espace au voisinage de cette zone de couplage RCE n'est pas valable. La vitesse de dérive globale  $v_j$  d'une espèce  $j$  prenant en compte également un champ électrique constant s'exprime sous la forme suivante [17] :

$$\mathbf{v}_j = \frac{\mathbf{E} \times \mathbf{B}}{B^2} + \frac{m_j}{q_j} \left( v_{j//}^2 + \frac{1}{2} v_{j\perp}^2 \right) \frac{\mathbf{R} \times \mathbf{B}}{R^2 B^2} \quad (4.2)$$

Ainsi le premier terme de l'Équ. 4.2, qui correspond à la dérive électrique peut devenir plus important que le deuxième terme qui correspond, à la dérive magnétique (courbure et gradient du champ magnétique) dans la zone considérée. En effet, la dérive électrique ne dépend pas de la charge électrique (ion positif ou électron), mais peut s'inverser en fonction du sens du champ électrique de charge d'espace (Fig. 4.14). L'Annexe A présente l'explication théorique de la localisation du champ électrique de charge d'espace dans ce type de configuration magnétique.



**Figure 4.13 :** Photo du plasma d'argon obtenu avec la source étendue et un seul applicateur micro-onde (pression argon 3 mTorr, puissance micro-onde 150 W).



**Figure 4.14 :** Représentation schématique des vecteurs du champ électrique de charge d'espace  $E$  dans le système magnétique de la partie rectiligne de la source étendue.

#### 4.4. Paramètres de claquage du plasma

Comme décrit dans la Section 4.2, il est nécessaire d'effectuer l'adaptation d'impédance à vide pour parvenir à amorcer le plasma, puis réduire la puissance réfléchie une fois le plasma allumé. Il y a donc une différence d'impédance importante entre le vide et le plasma avec cette nouvelle source étendue, ce qui limite très fortement le transfert de la puissance incidente lorsque l'accord d'impédance à vide n'est pas réalisé. Dans le cas où la puissance réfléchie est minimisée avant l'amorçage du plasma, lorsque ce dernier s'amorce, l'écart d'impédance induit par la présence du plasma diminue fortement la puissance transmise au plasma.

Dans le but de déterminer cette différence d'impédance, une série de mesures a été effectuée selon la démarche suivante : adaptation d'impédance des applicateurs à vide, optimisation de la puissance réfléchie une fois le plasma amorcé, extinction du plasma, puis mesure de l'impédance à vide à l'aide d'un analyseur de réseau en injectant une puissance micro-onde de 1 mW avec une fréquence variable comprise entre 2.43 GHz et 2.45 GHz. Ainsi, lorsque le réglage de la puissance réfléchie en présence du plasma permet d'obtenir une impédance de ligne égale à  $50 \Omega$ , la valeur de l'impédance à vide sans modification du réglage d'impédance permet de déterminer l'écart d'impédance de la ligne entre le vide et le plasma. Avec une configuration à 7 applicateurs micro-onde de diamètre de 25 mm, l'impédance mesurée est en moyenne de  $7 \Omega$ , soit un écart d'impédance entre le vide et le plasma  $\Delta Z$  de  $43 \Omega$ , l'écart de la partie imaginaire étant quasiment nul. En comparaison, l'impédance des sources élémentaires standards est d'environ  $22 \Omega$ , soit un  $\Delta Z$  de  $28 \Omega$ . Par conséquent, l'écart entre l'impédance du vide et du plasma est plus important avec la nouvelle source allongée qu'avec les sources élémentaires standard. Ceci peut expliquer la difficulté d'amorçage observée.

Les paramètres qui ont été étudiés pouvant influencer en partie sur cet écart d'impédance sont :

- i) Dimensions géométriques au niveau des embouts d'applicateur : épaisseur du gap, forme et taille des embouts.
- ii) Distance entre applicateurs micro-onde.
- iii) Configuration de l'applicateur coaxial placé entre le guide diviseur et l'embout.

### ***Dimensions géométriques des embouts d'applicateurs***

La même série de mesures avec l'analyseur de réseau que celle décrite ci-dessus a été réalisée en modifiant la forme des embouts, champignon et cylindre, ainsi qu'en modifiant la taille des embouts, diamètre (20 mm, 25 mm et 30 mm) et leur épaisseur (8 mm et 12 mm). Les résultats ont montré que l'écart d'impédance restait quasiment identique quelque soit l'embout utilisé, seule la partie imaginaire évoluant sensiblement. Le gap a également été modifié en serrant le moins possible les embouts sur l'âme centrale des applicateurs micro-onde. Les valeurs mesurées ont montré que ce paramètre ne modifiait pas non plus l'écart d'impédance qui reste constant à environ  $43 \Omega$ . Par conséquent, les dimensions géométriques au niveau de l'introduction des micro-ondes dans le plasma n'est pas un paramètre déterminant et ne peut remédier à la difficulté d'amorçage du plasma.

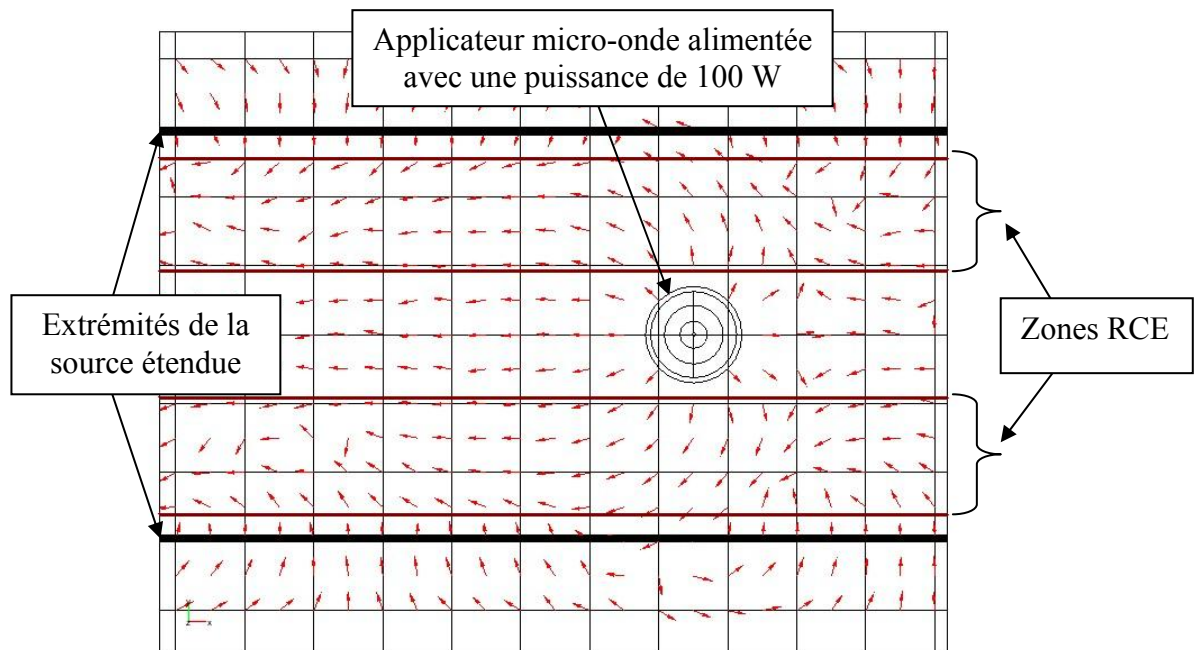
### ***Distance entre applicateurs micro-onde***

Un des phénomènes qui pourrait expliquer la difficulté d'amorçage est lié à l'interaction des micro-ondes entre applicateurs. En effet, même lorsque le plasma est amorcé avec la nouvelle source étendue, l'absence de zones RCE entre applicateurs ne permet pas une absorption des micro-ondes. Afin d'illustrer cette influence, une modélisation a été réalisée avec le logiciel Comsol pour comparer le module et la direction du champ électrique micro-onde présent à la surface de la source en absence du plasma pour 2 cas : un seul applicateur avec 100 W de puissance incidente, et 2 applicateurs avec 100 W de puissance incidente. La répartition du champ électrique micro-onde dans le plan de la source est représenté sur les Figs. 4.15 à 4.18.

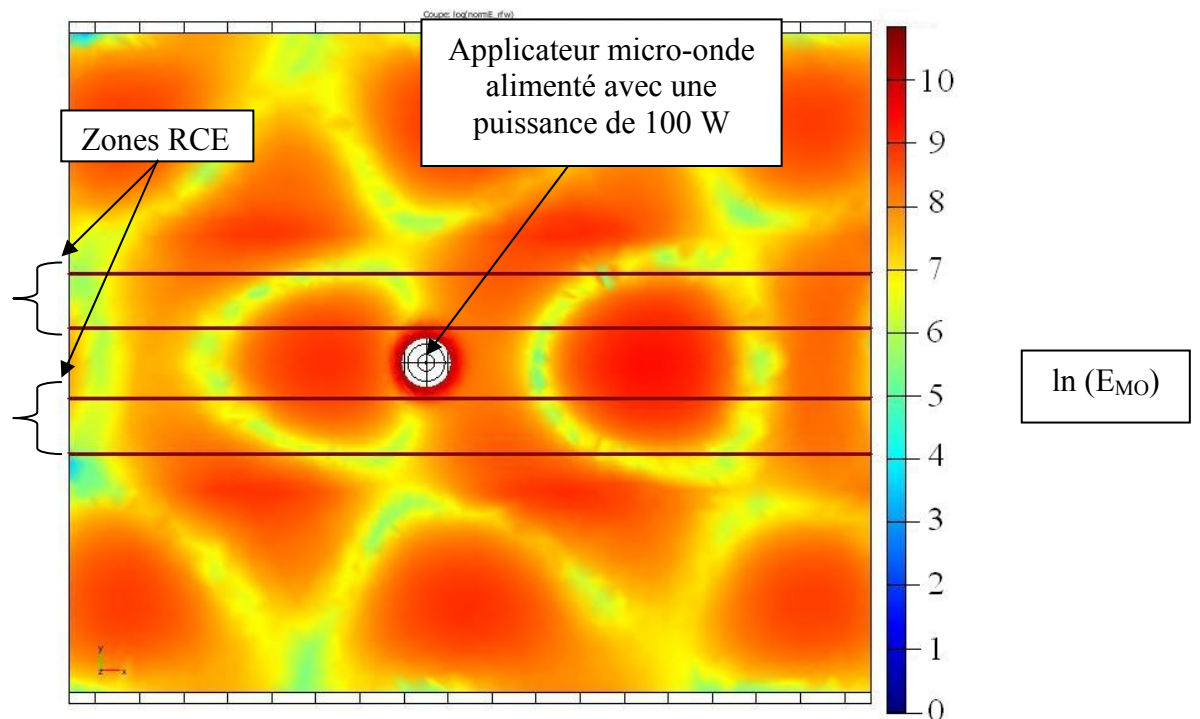
Avec un seul applicateur le module du champ électrique micro-onde dans la zone RCE situé à proximité de cet applicateur est compris entre  $3$  et  $8 \times 10^3$  V/m (Fig. 4.16), alors qu'en présence d'un deuxième applicateur situé à 86,7 mm de la première le module du champ électrique dans la même zone est compris entre  $4$  et  $11 \times 10^2$  V/m (Fig. 4.18). Dans les 2 cas, la direction du champ électrique micro-onde dans la zone RCE située à proximité d'une injection micro-onde est quasiment identique (Figs. 4.15 et 4.17).

Les résultats numériques montrent bien une modification du champ électrique micro-onde induite par une interaction électromagnétique entre les injections. Les valeurs du champ électrique sont plus faibles dans le cas où il y a deux applicateurs micro-onde alimentés chacun avec une puissance de 100 W, ce qui explique un amorçage du plasma plus difficile.



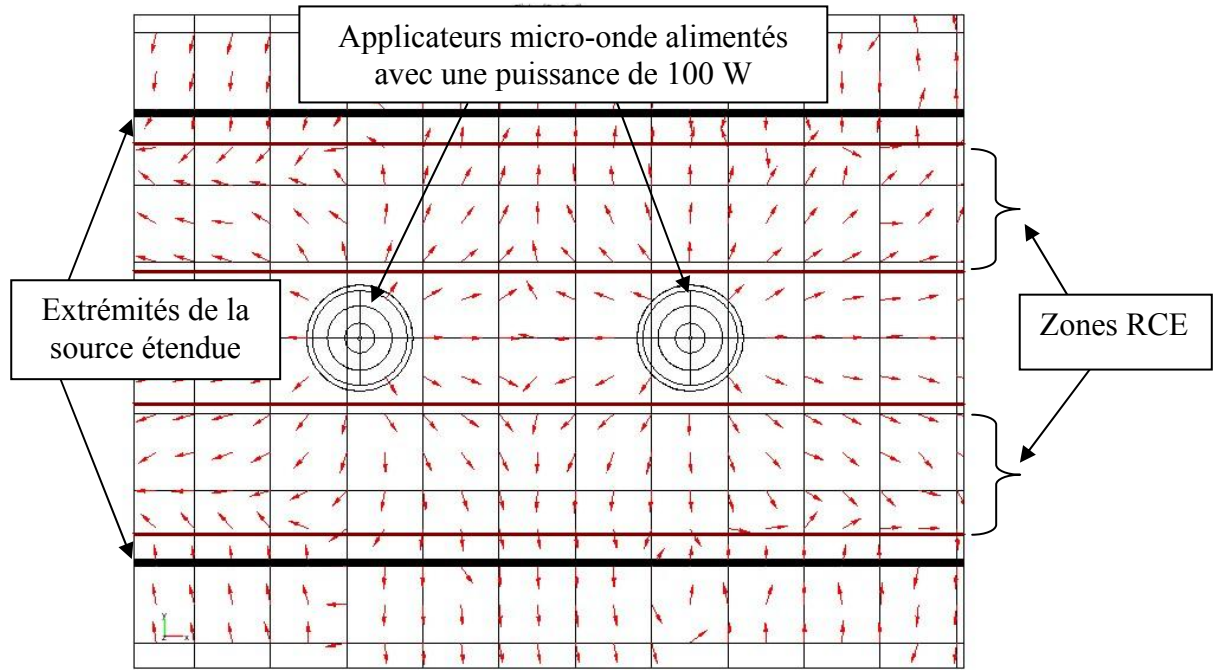


**Figure 4.15 :** Direction du champ électrique micro-onde sur la surface de la source avec un seul applicateur micro-onde alimenté avec une puissance de 100 W.

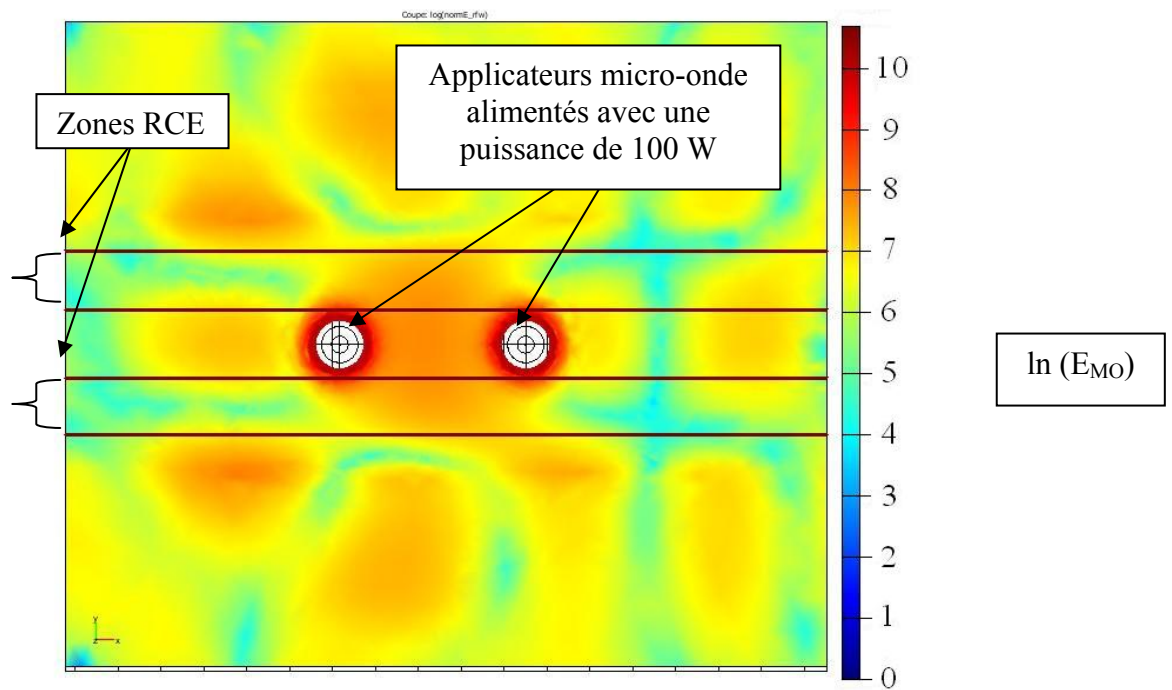


**Figure 4.16 :** Logarithme népérien du module du champ électrique micro-onde sur la surface de la source avec un applicateur micro-onde alimenté avec une puissance de 100 W.



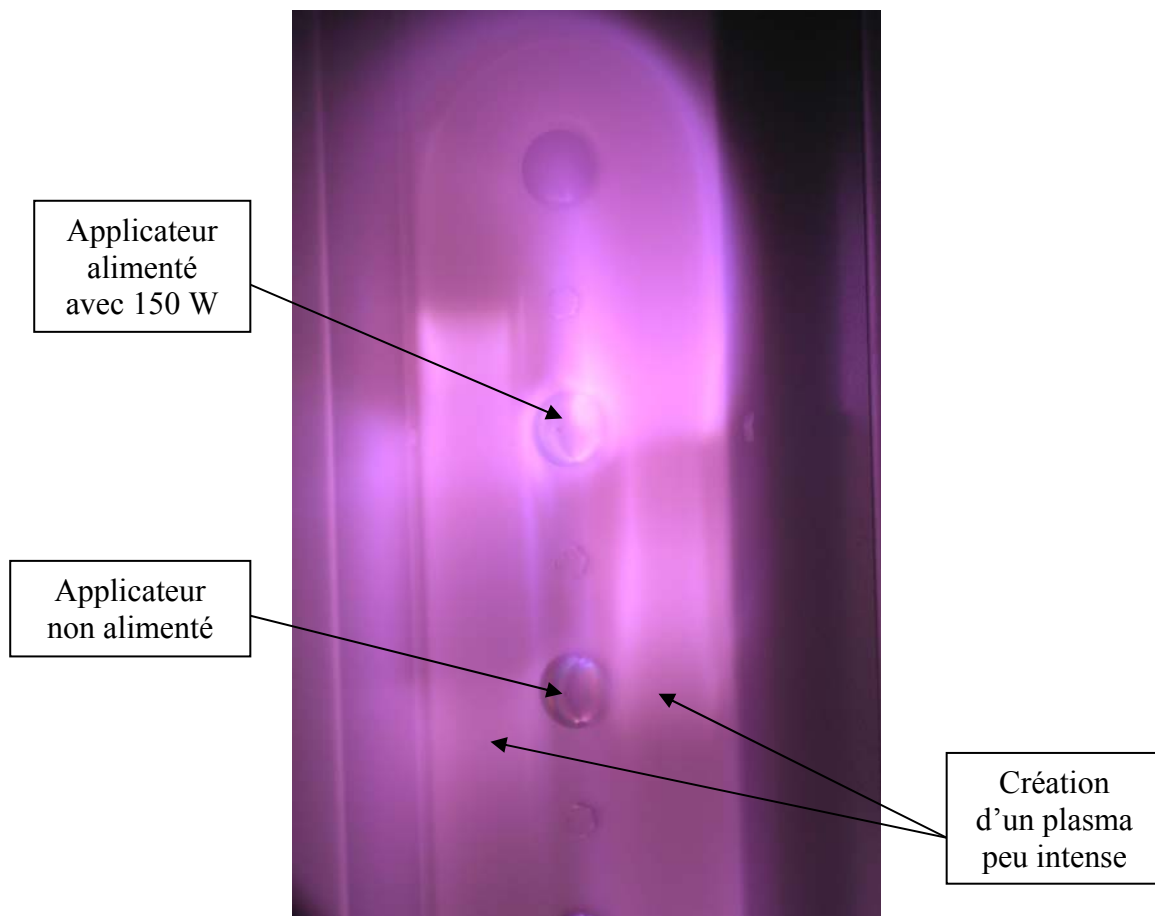


**Figure 4.17 :** Direction du champ électrique micro-onde sur la surface de la source avec deux applicateurs micro-onde alimentés avec une puissance de 100 W chacun.



**Figure 4.18 :** Logarithme népérien du module du champ électrique micro-onde sur la surface de la source avec deux applicateurs micro-onde alimentés avec une puissance de 100 W chacun.

Cette interaction peut être mise en évidence aussi en présence du plasma. Dans la configuration avec 7 applicateurs, après amorçage du plasma, la puissance transmise au plasma a été réglée au minimum sur tous les applicateurs sauf sur le deuxième en partant du haut (Fig. 4.19). L'intensité lumineuse observée au niveau de l'injection non alimentée située au dessous de l'injection alimentée avec 150 W permet de voir que l'on a une création d'un plasma peu intense au niveau de l'injection qui n'est pas alimentée. Cette observation permet de conclure qu'autour de l'injection non alimentée, un champ électrique qui est créé par l'interaction électromagnétique entre l'injection alimentée et celle qui n'est pas alimentée est capable d'entretenir un plasma.



**Figure 4.19 :** Photo du plasma d'argon obtenu avec la source étendue en alimentant uniquement le 2<sup>ème</sup> applicateur en partant du haut (pression argon 3 mTorr, puissance micro-onde 150 W).

Une série de mesures identiques à celles réalisées pour mesurer l'écart d'impédance a été effectuée en utilisant 7, 4, et 1 seul applicateur. Avec 4 applicateurs, l'écart d'impédance est d'environ  $39 \Omega$  ; avec un seul applicateur cet écart vaut environ  $32 \Omega$  tandis qu'avec l'utilisation de 7 applicateurs l'écart vaut  $43 \Omega$ . La partie imaginaire se décale progressivement vers  $-16 \Omega$  lorsque la distance entre les applicateurs augmente. Par

conséquent, ces mesures confirment que l'interaction entre les applicateurs micro-onde est bien un paramètre influant sur l'écart d'impédance entre vide et plasma.

### *Configuration de l'applicateur micro-onde*

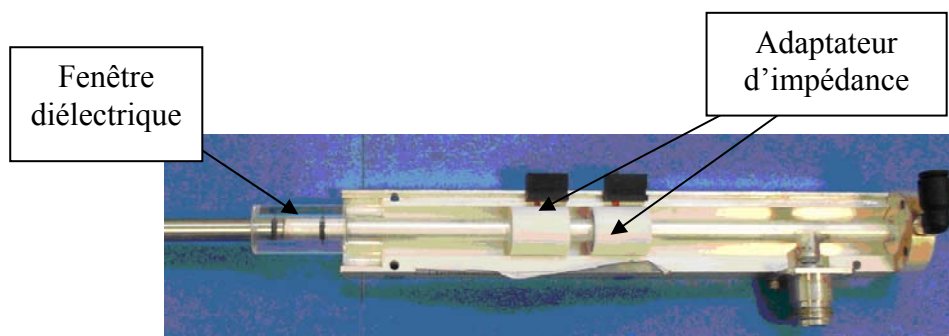
L'applicateur qui permet de transférer la puissance réelle micro-onde au niveau de l'embout est susceptible d'augmenter l'écart d'impédance réel entre impédance à vide et en présence de plasma. En effet, dans la structure coaxiale utilisée, plusieurs changements d'impédance ont lieu avec la présence de la fenêtre diélectrique et de l'adaptateur d'impédance (Fig. 4.20), ce qui génère des ondes stationnaires entre ces différents éléments de la ligne coaxiale. Un modèle 2D a été réalisé avec Comsol à partir du schéma de la Fig. 4.22. La puissance micro-onde injectée au niveau du connecteur est arbitrairement fixée à 100 W. La fréquence d'excitation est fixée précisément à 2,45 GHz. L'adaptateur d'impédance à double lame quart d'onde a été modélisé en supposant que les lames quart d'onde sont constituées de deux cylindres de téflon de 1 mm d'épaisseur séparés par un cylindre métallique (Fig. 4.21). La permittivité relative du téflon est de 2,1, et celle du quartz est de 3,8. La longueur du diélectrique est de 31,5 mm. Le réacteur utilisé est supposé constitué de parois parfaitement conductrices. Le plasma est supposé uniforme et sa permittivité relative varie de -3 à 1 dans la totalité du volume du réacteur : une permittivité de 1 correspond au cas où le plasma n'est pas amorcé (vide) et une permittivité de -3 correspond au cas où le plasma a une densité de l'ordre de  $5 \times 10^{11} \text{ cm}^{-3}$  (Équ. 4.3).

En effet, si l'on néglige les collisions entre électrons et neutres (pression de l'ordre du mTorr), la permittivité relative du plasma vérifie alors la relation [49] :

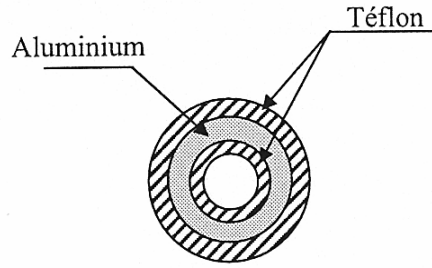
$$\varepsilon_p = 1 - \frac{ne^2}{m_e \omega^2 \varepsilon_0} \quad (4.3)$$

où  $n$  est la densité du plasma,  $e$  la charge d'un électron,  $m_e$  la masse d'un électron,  $\omega$  la pulsation de l'onde, et  $\varepsilon_0$  la permittivité du vide.

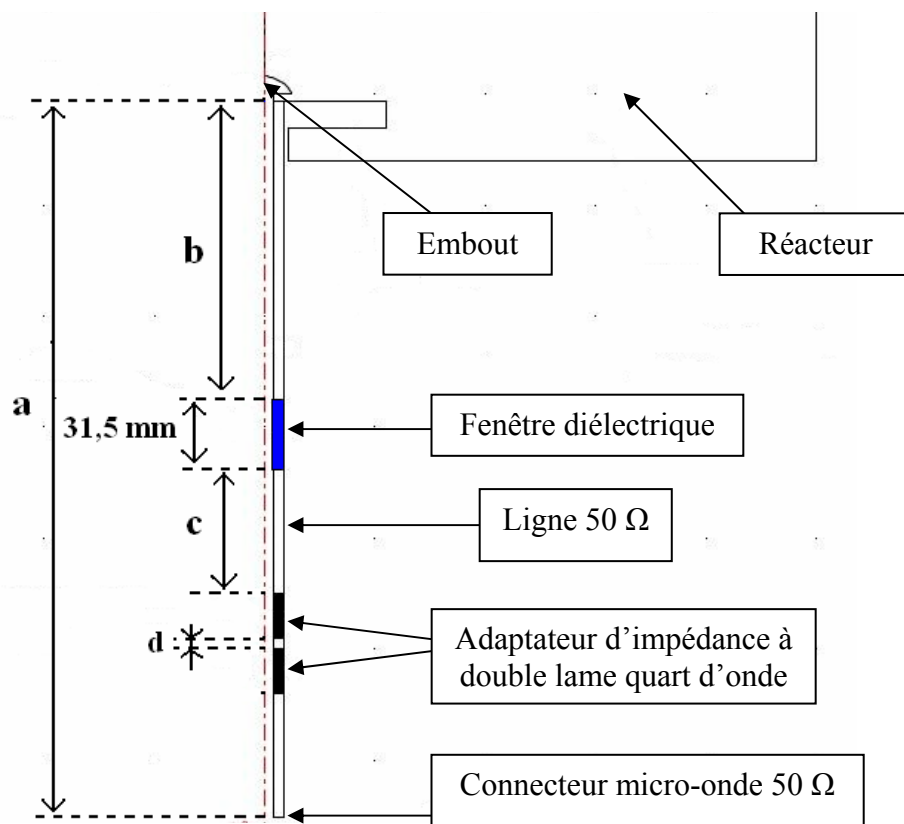
L'objectif de ces modélisations est de comparer la sensibilité et l'évolution du rapport de la puissance réfléchie sur la puissance incidente, c'est à dire du paramètre  $S_{11}$ , en fonction de la permittivité relative du plasma avec plusieurs configurations géométriques (Tableau XI). Les configurations 1, 2 et 3 correspondent à l'applicateur actuellement utilisé sur la source étendue : seules les positions des lames quart d'onde changent.



**Figure 4.20 :** Photo de l'intérieur d'un applicateur micro-onde avec sa fenêtre diélectrique et le dispositif d'adaptation d'impédance à double lame quart d'onde.



**Figure 4.21 :** Schéma de la section d'un élément quart d'onde d'adaptation d'impédance.

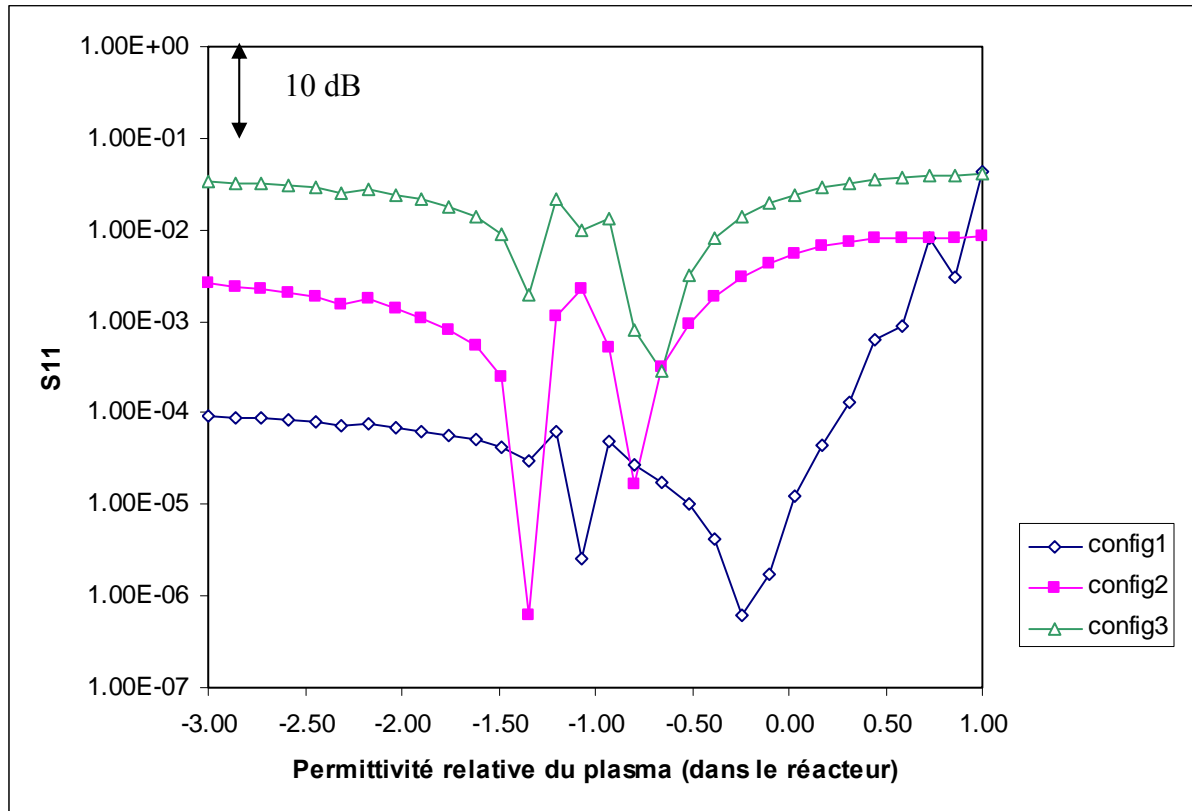


**Figure 4.22 :** Modèle 2D Comsol RF.

	<i>Configuration 1</i>	<i>Configuration 2</i>	<i>Configuration 3</i>
<b>b (mm)</b>	134,5	134,5	134,5
<b>c (mm)</b>	133,5	167,5	168,5
<b>d (mm)</b>	35	1	0,5
<b>a (mm)</b>	323	323	323

**Tableau XI :** Côtes des applicateurs pour les 3 configurations modélisées.

Les résultats de la modélisation présentés sur la Fig. 4.23 confirment la très forte sensibilité du paramètre  $S_{11}$  en fonction de la permittivité et donc en fonction des paramètres du plasma. Cette sensibilité évolue fortement en fonction des positions des lames quart d'onde de l'adaptateur d'impédance. Ainsi, lors de l'amorçage du plasma et/ou lors d'une modification des paramètres du plasma par la puissance injectée et la nature des gaz réactifs, la conception actuellement utilisée pour la nouvelle source étendue induit une très forte modification de la puissance réfléchie. Ceci a aussi été observé pendant les tests expérimentaux de cette source.



**Figure 4.23 :** Évolution de  $S_{11}$  en fonction de la permittivité relative du plasma dans le réacteur pour les 3 configurations.

Les deux paramètres identifiés ayant une influence importante sur l'écart d'impédance entre le vide et le plasma, et donc sur la difficulté d'amorçage, sont les interactions fortes entre applicateurs, ainsi que la configuration des applicateurs.

#### 4.5. Performances électriques du plasma

L'objectif des caractérisations électriques du plasma créé par la nouvelle source étendue est d'évaluer les performances en termes de densité ionique et d'uniformité des paramètres électriques selon la hauteur dans le réacteur, et de comparer les performances de cette source avec celles des sources élémentaires standard de génération 1.

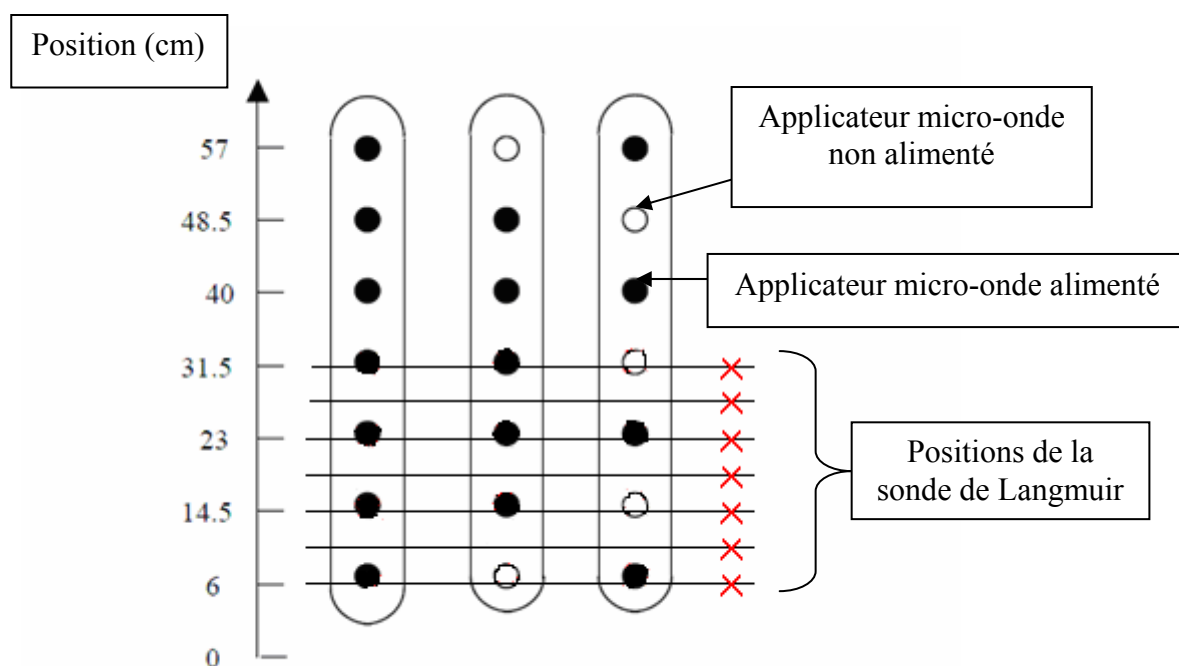
Une première caractérisation, consistant à effectuer une mesure du courant collecté par le porte substrat, a été réalisée afin de comparer une ligne de 7 sources élémentaires standard de génération 1 à une source étendue avec 7 applicateurs micro-onde. Les conditions

expérimentales sont les suivantes : pression d'argon de 3 mTorr, puissance incidente de 530 W, potentiel DC pulsé sur les faux montages de - 250 V, et rotation planétaire de 5 tr/min des 5 faux montages de diamètre 100 mm. Les résultats obtenus (Tableau XI) montrent que l'on observe une augmentation du courant pulsé de 70 % avec la nouvelle source étendue comportant 7 applicateurs.

Applicateur	7 sources élémentaires standard	Source étendue (7 applicateurs)
Courant (A)	<b>1,44 A - 1,62 A</b>	<b>2,46 A - 2,64 A</b>

**Tableau XI :** Valeurs des courants mesurés sur les faux montages avec les 2 générations de sources.

Les mesures de sonde effectuées pour la détermination de la densité ionique et de la température électronique suivant la hauteur ont été réalisées avec 7, 5 et 4 applicateurs micro-onde (Fig. 4.24) avec différentes conditions opératoires : un débit de 20 sccm d'argon soit une pression de 1 mTorr, un débit de 60 sccm d'argon soit une pression de 3 mTorr, une puissance incidente de 1150 W, et une puissance incidente de 550 W. Les mesures ont été effectuées à 6 cm du plan de la source étendue dans l'axe des applicateurs micro-onde.

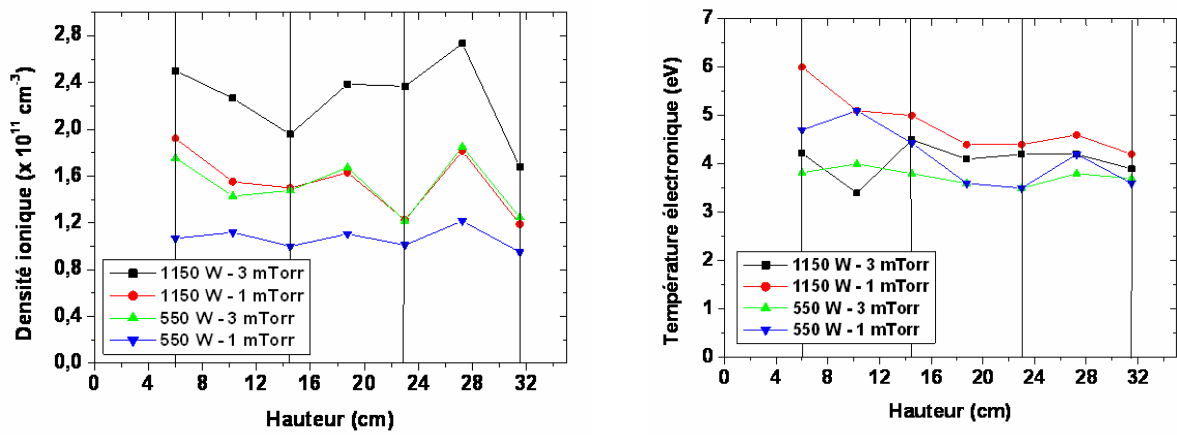


**Figure 4.24 :** Schéma des trois configurations étudiées et positions des applicateurs et de la sonde électrostatique. Le centre de la source est situé à la cote 31,5 cm.

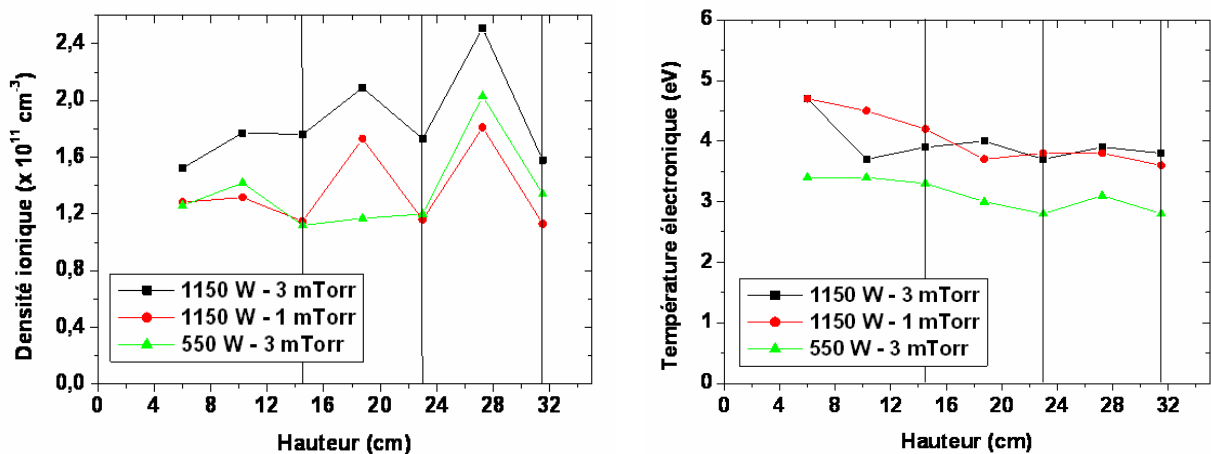
Les valeurs expérimentales de la densité ionique et de la température électronique sont tracées sur les Figs. 4.25 à 4.27, où les traits verticaux représentent les positions des applicateurs micro-onde.

Les résultats montrent que, quelles que soient les conditions en termes de nombre d'applicateurs, de pression d'argon et de puissance, la densité ionique à 6 cm du plan de la

source est toujours supérieure à  $10^{11} \text{ cm}^{-3}$ . La température électronique selon la hauteur est relativement constante, sauf pour le cas de 7 applicateurs où la présence d'un applicateur à l'extrémité de la source semble avoir une influence. L'augmentation de la densité ionique à cette extrémité avec les cas 7 applicateurs et 4 applicateurs (Figs. 4.25 et 4.27) confirme que la présence d'un applicateur à l'extrémité produit un plasma plus dense que les autres applicateurs. En effet on n'observe plus cette augmentation dans le cas 5 applicateurs (Fig. 4.26) où il n'y a pas d'applicateur à l'extrémité. Ces mesures confortent les observations visuelles présentées dans la Section 4.2 (cf. Fig. 4.9). La présence d'extrema de la densité ionique entre applicateurs et non au niveau des applicateurs pourrait s'expliquer par la dérive des électrons.

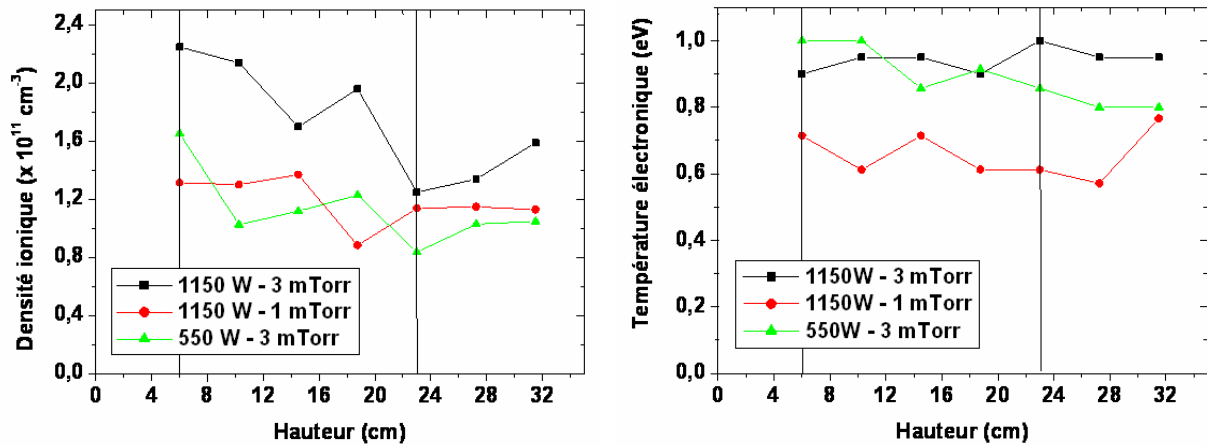


**Figure 4.25 :** Densité ionique et température électronique en fonction de la position avec 7 applicateurs micro-onde à 6 cm du plan de la source.



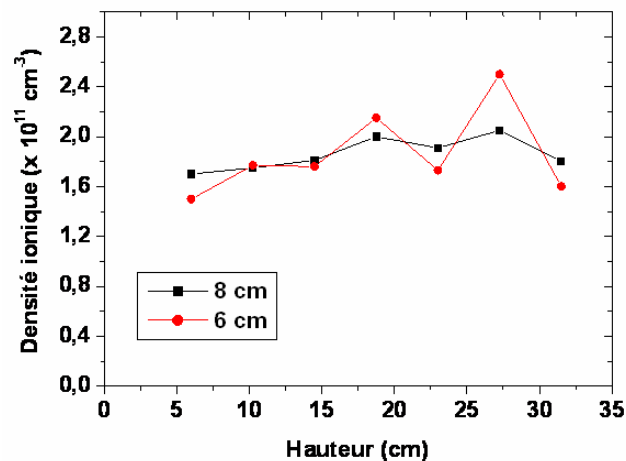
**Figure 4.26 :** Densité ionique et température électronique en fonction de la position avec 5 applicateurs micro-onde à 6 cm du plan de la source.





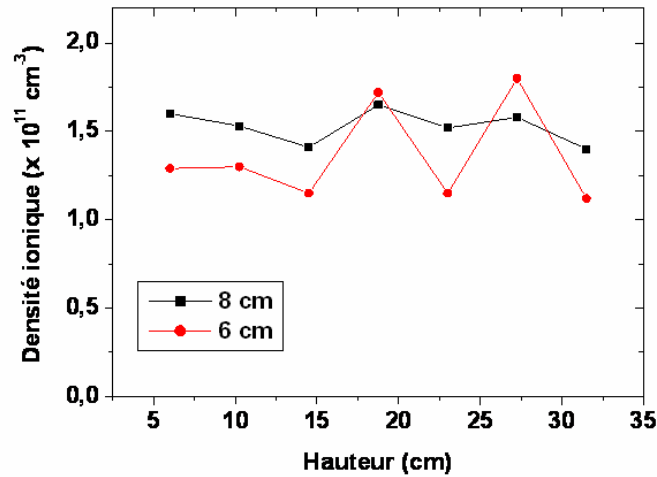
**Figure 4.27 :** Densité ionique et température électronique en fonction de la position avec 4 applicateurs micro-onde à 6 cm du plan de la source.

Ces variations de la densité ionique selon la position peuvent avoir une influence sur l'uniformité des procédés industriels tels que le dépôt de DLC. C'est pourquoi, une autre série de mesures a été effectuée dans les mêmes conditions avec 5 applicateurs mais à 8 cm de la surface de la source. Les résultats présentés sur les Figs. 4.28 à 4.30 montrent que les variations de la densité ionique sont nettement moins importantes à 8 cm de la surface de la source qu'à 6 cm. Le fait que la densité ionique moyenne soit identique à 6 cm et à 8 cm peut s'expliquer par une ionisation en volume encore importante au-delà de 6 cm par des électrons chauds provenant des zones de couplage RCE.

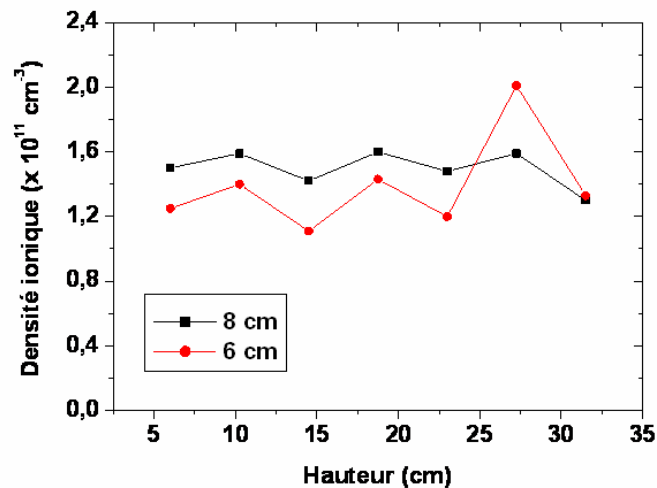


**Figure 4.28 :** Évolution de la densité ionique en fonction de la position avec 5 applicateurs micro-onde à 6 cm et à 8 cm de la surface de la source (pression argon 3 mTorr, puissance micro-onde 1150 W).





**Figure 4.29 :** Évolution de la densité ionique en fonction de la position avec 5 applicateurs micro-onde à 6 cm et à 8 cm de la surface de la source (pression argon 1 mTorr, puissance micro-onde 1150 W).



**Figure 4.30 :** Évolution de la densité ionique en fonction de la position avec 5 applicateurs micro-onde à 6 cm et à 8 cm de la surface de la source (pression argon 3 mTorr, puissance micro-onde 550 W).

Outre la confirmation que la nouvelle source étendue est nettement plus efficace en terme de densité ionique pour une même puissance incidente qu'une ligne de 7 sources élémentaires standard, ces mesures ont permis de déterminer la distance minimale, par rapport au plan de la source, du positionnement des pièces à traiter afin d'assurer une homogénéité du dépôt DLC.

#### 4.6. Performances du procédé de dépôt DLC

Comme expliqué dans le Chapitre 3, le remplacement des sources micro-onde actuelles par la nouvelle source étendue de génération 3 induit des cinétiques différentes de la chimie des espèces réactives en termes de répartition spatiale dans le réacteur et en termes de

concentrations respectives des espèces contribuant au dépôt. C'est pourquoi une optimisation de la puissance incidente totale injectée et une recherche de la meilleure configuration en termes de nombre d'applicateurs ont été effectuées afin d'obtenir des couches de DLC avec des caractéristiques mécaniques satisfaisantes (dureté de 3000 Hv, module d'Young environ égal à 200 GPa, une indentation HRC pour l'adhérence de la couche de type HF2 ou HF3, une force critique d'arrachement  $F_c$  de la couche au moins égale à 20 N, cf. Annexe C), et afin d'obtenir la meilleure uniformité de traitement selon la position.

La première série de dépôts consiste à faire varier la puissance micro-onde pour la phase du dépôt de DLC. Le Tableau XII présentant les résultats obtenus montre que plus la puissance diminue, plus les caractéristiques mécaniques du DLC déposé sont meilleures. Bien qu'avec une puissance de 390 W les caractéristiques sont meilleures qu'avec une puissance de 460 W, il est nécessaire d'utiliser cette dernière puissance afin que le plasma réactif soit stable pendant le procédé. Les valeurs des vitesses de dépôt sont systématiquement supérieures à celle obtenue avec une ligne de 8 sources élémentaires standard qui est d'environ 0,47  $\mu\text{m/h}$ . La chute des caractéristiques mécaniques lorsque la puissance incidente devient trop importante s'explique par le fait que les couches comportent trop de contraintes mécaniques lorsque le flux d'ions, et la température au niveau des pièces induite par ce flux d'ions augmentent avec la puissance.

Puissance (W)	Épaisseur ( $\mu\text{m}$ )	Vitesse de dépôt ( $\mu\text{m/h}$ )	HRC 150 kg	$F_c$ (N)	Dureté (Hv)	Module Young (GPa)	Courant collecté sur le porte-substrat (A)
390	1,35	0,68	HF1	29	2900	215	0,60
<b>460</b>	<b>2,40</b>	<b>1,07</b>	<b>HF3</b>	<b>24</b>	<b>3360</b>	<b>196</b>	<b>1,15</b>
570	2,65	1,18	HF4	23	3200	185	1,30
800	4,75	1,19	HF6	18	2700	140	1,42

**Tableau XII :** Propriétés de dépôts de DLC effectués à différentes puissances avec 5 applicateurs micro-onde (pression acétylène 5 mTorr, potentiel DC pulsé sur les pièces -380 V).

Les tests de dépôt pour visualiser l'effet du nombre d'applicateurs sur l'uniformité des couches de DLC selon la position sont tous effectués avec une puissance incidente de 460 W et avec une distance minimum entre les pièces et la source de 8 cm. Deux configurations ont été utilisées pour ces tests : une avec 5 applicateurs micro-onde (sans applicateurs aux extrémités), et une avec 4 applicateurs micro-onde. Les positions des substrats, placés parallèlement au plan de la source et à une distance de 8 cm par rapport au plan de la source, apparaissant dans les Tableaux XIII et XIV, se situent comme indiqué sur la Fig. 4.24.

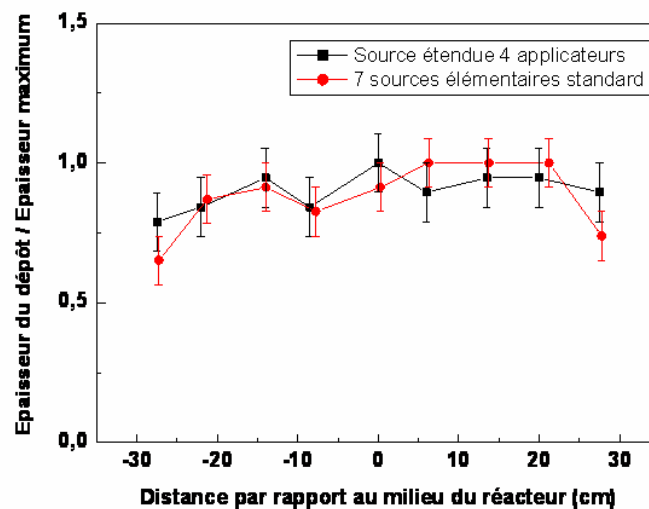
Position (cm)	Épaisseur ( $\mu\text{m}$ )	Vitesse de dépôt ( $\mu\text{m/h}$ )	HRC 150 kg	Module d'Young (GPa)	Dureté (Hv)
3,5	1,2	0,61	HF2	204	3600
17	2,1	1,07	HF2	197	3420
31	2,1	1,07	HF2	196	3360
44,5	2,0	1,02	HF2	203	3560
58,5	1,5	0,76	HF2	204	3670

**Tableau XIII :** Propriétés des dépôts effectués avec 5 applicateurs micro-onde (puissance micro-onde 460 W, pression acétylène 5 mTorr, potentiel DC pulsé sur les pièces -380 V).

Position (cm)	Épaisseur (μm)	Vitesse de dépôt (μm/h)	HRC 150 kg	Module d'Young (GPa)	Dureté (Hv)
3,5	1,5	0,76	HF2	196	3430
9	1,6	0,82	HF2	203	3490
17	1,8	0,92	HF2	205	3630
22,5	1,6	0,82	HF2	200	3550
31	1,9	0,97	HF2	207	3675
37	1,7	0,87	HF2	194	3145
44,5	1,8	0,92	HF2	208	3570
51	1,8	0,92	HF2	212	3720
58,5	1,7	0,87	HF2	209	3700

**Tableau XIV :** Propriétés des dépôts effectués avec 4 applicateurs micro-onde (puissance micro-onde 460 W, pression acétylène 5 mTorr, potentiel DC pulsé sur les pièces -380 V).

Les résultats des tests d'uniformité des dépôts de DLC selon la position (Tableaux XIII et XIV), montrent que l'on a une meilleure uniformité avec la configuration à 4 applicateurs micro-onde bien que la vitesse de dépôt au milieu du réacteur soit un peu plus faible qu'avec la configuration à 5 applicateurs micro-onde. La Fig. 4.31 montre que l'utilisation de 4 applicateurs permet d'obtenir des uniformités similaires à celles obtenues avec 7 sources élémentaires standard de génération 1. De plus, la vitesse de dépôt est supérieure d'environ 30% avec la source étendue et cela malgré 3 applicateurs en moins.

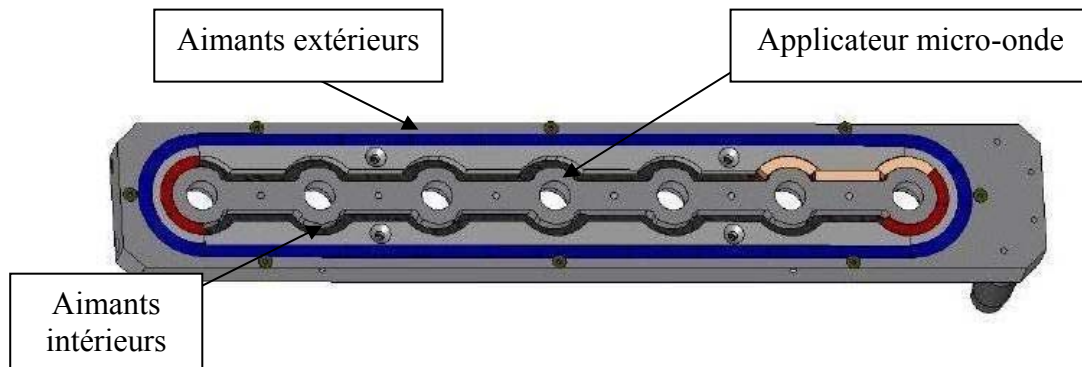


**Figure 4.31 :** Évolution du rapport de l'épaisseur du dépôt à l'épaisseur de dépôt maximum selon la distance par rapport au milieu du réacteur.

La nouvelle source étendue de génération 3 est donc plus efficace qu'une ligne de sources élémentaires standard en termes de densité ionique au niveau des pièces à traiter et de vitesse de dépôt, tout en conservant les mêmes propriétés mécaniques. De plus, elle permet d'utiliser uniquement 4 applicateurs, ce qui représente un avantage en termes de coût et de maintenance pour les procédés industriels.

#### 4.7. Modification du champ magnétique de la source étendue

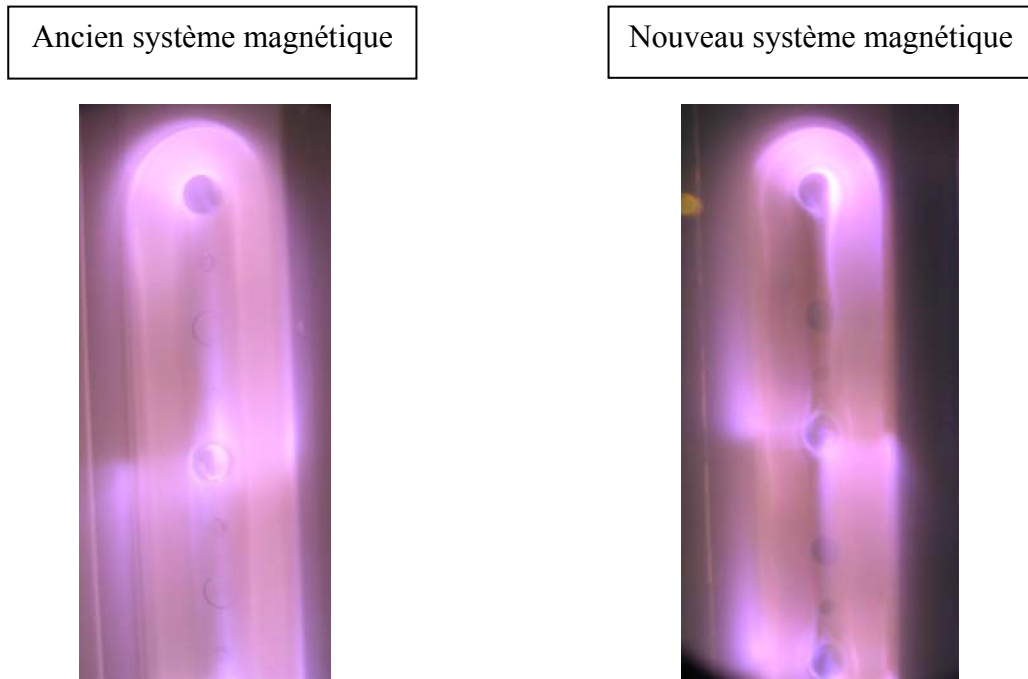
Les résultats de la Section 4.3 ont montré qu'une des causes de la difficulté d'amorçage du plasma avec la source étendue est l'interaction entre applicateurs micro-onde. Étant donné que la création du plasma ne se fait pas entre applicateurs, les micro-ondes ne sont pas absorbées efficacement et peuvent donc se propager sur des distances importantes. Afin de limiter la propagation des micro-ondes entre les applicateurs, un nouveau système magnétique a été élaboré pour qu'il y ait création du plasma suivant une zone RCE plus importante autour de chaque applicateur en positionnant les aimants comme indiqué sur la Fig. 4.32. Le nouveau système magnétique permet également d'augmenter le volume des zones de couplage RCE.



**Figure 4.32 :** Schéma représentant le positionnement des aimants pour la modification du champ magnétique de la source étendue.

Contrairement à la source étendue avant la modification du système magnétique, l'amorçage d'un plasma d'argon se fait pour des puissances de l'ordre de 500 W contre 1200 W avec l'ancien champ magnétique. La Fig. 4.33 permet de comparer un plasma d'argon entre les 2 systèmes magnétiques avec 4 applicateurs, une pression d'argon de 3 mTorr et une puissance incidente de 620 W.

Les mesures de l'écart d'impédance avec 7 applicateurs ont montré que, en moyenne, cet écart d'impédance est d'environ  $19 \Omega$  en partie réelle et d'environ  $-29 \Omega$  en partie imaginaire. Pour rappel, avec l'ancienne configuration magnétique et 7 applicateurs, cet écart d'impédance est de  $43 \Omega$ . Ceci met en évidence une modification importante qui est due uniquement au changement du système magnétique et donc du plasma créé par la source étendue, notamment dans les zones situées entre les applicateurs.



**Figure 4.33 :** Photos des plasmas d'argon créés par les 2 systèmes magnétiques avec 4 applicateurs (pression argon 3 mTorr, puissance micro-onde 620 W).

### Tests de dépôts DLC

La puissance minimale de travail pour obtenir un plasma stable pendant les procédés industriels était de 460 W avec l'ancien système magnétique et avec 4 applicateurs. Des nouveaux tests de dépôts DLC ont été effectués avec le nouveau système magnétique et ont mis en évidence qu'une puissance de 170 W suffit pour obtenir la stabilité du plasma réactif. Les propriétés des couches de DLC obtenues avec le nouveau système magnétique à des puissances de 170 et 320 W sont résumées dans la Tableau XV. Celles-ci sont satisfaisantes bien que la vitesse de dépôt soit relativement faible pour une puissance de 170 W. Les valeurs du courant mesuré sur le porte substrat sont supérieures à celles qui ont été mesurées pendant les dépôts DLC effectués avec l'ancien système magnétique.

Puissance (W)	Épaisseur (μm)	Vitesse de dépôt (μm/h)	HRC 150 kg	Dureté (Hv)	Module Young (GPa)	Courant PS (A)
170	0,75	0,33	HF1	3150	195	0,60
320	1,15	0,51	HF1	3300	199	0,85

**Tableau XV :** Propriétés des dépôts de DLC avec le nouveau système magnétique et 4 applicateurs micro-onde (pression acétylène 5 mTorr, potentiel DC pulsé sur les pièces -380 V).

La modification du système magnétique a donc permis de diminuer les interactions entre les applicateurs et donc de faciliter l'amorçage du plasma. De plus, l'augmentation du volume des zones RCE a permis d'améliorer la stabilité du plasma pendant les dépôts de DLC.

## 4.8. Conclusions sur le chapitre

Suite à la présentation de la configuration de la source étendue et des tests d'amorçage et entretien d'un plasma d'argon, plusieurs points ont été mis en évidence :

- i) La densité ionique à 6 cm et à 8 cm du plan de la source est systématiquement supérieure à  $10^{11} \text{ cm}^{-3}$ , les valeurs du courant collecté mesurées sur les pièces montrent une meilleure performance en termes de densité ionique de la source étendue par rapport aux sources élémentaires standard.
- ii) L'uniformité des paramètres électriques est meilleure à 8 cm du plan de la source qu'à 6 cm.
- iii) L'uniformité du dépôt DLC selon la position est aussi bonne avec l'utilisation d'une source étendue comprenant 4 applicateurs qu'avec une ligne de 7 ou 8 sources élémentaires standard, tout en augmentant la vitesse de dépôt et en préservant des propriétés mécaniques satisfaisantes.
- iv) L'amorçage du plasma est difficile en raison d'une différence d'impédance de la ligne importante entre le vide et le plasma. Cette différence s'explique par une interaction électromagnétique forte entre applicateurs et par la configuration de la ligne d'application des micro-ondes entre le guide diviseur et l'embout qui accroît la différence d'impédance en fonction de la permittivité relative du plasma.
- v) Le test du nouveau système magnétique a permis d'atténuer la difficulté d'amorçage du plasma d'argon et d'améliorer la stabilité des plasmas réactifs pendant les dépôts DLC.

# **Association de sources micro-onde avec une cathode magnétron**

## **5. Association de sources micro-onde avec une cathode magnétron**

### **5.1. Introduction**

L'objet de ce chapitre est de présenter les différentes solutions envisagées afin de réaliser une assistance ionique à la croissance des couches, déposées par pulvérisation d'une cible de matière (PAPVD), afin d'obtenir la meilleure efficacité en termes de propriétés des couches. Après une description de l'état de l'art sur l'utilisation industrielle de cathodes magnétron dans la Section 5.2, puis des limitations de cette technologie dans la Section 5.3, nous présenterons les intérêts d'utiliser une assistance ionique à la croissance des couches à l'aide de sources micro-onde dans la Section 5.4. La première configuration consistant à associer des sources élémentaires de génération 1 avec une cathode dépourvue de champ magnétique de type magnétron est étudiée dans la Section 5.5. Une deuxième configuration consistant à associer des sources élémentaires de génération 1 avec une cathode magnétron est présentée dans la Section 5.6. La Section 5.7 présente l'association de la source étendue de génération 3 avec une cathode magnétron et décrit les premiers tests de fonctionnement et de dépôts CrN avec cette configuration.

### **5.2. État de l'art sur l'utilisation industrielle des cathodes magnétron**

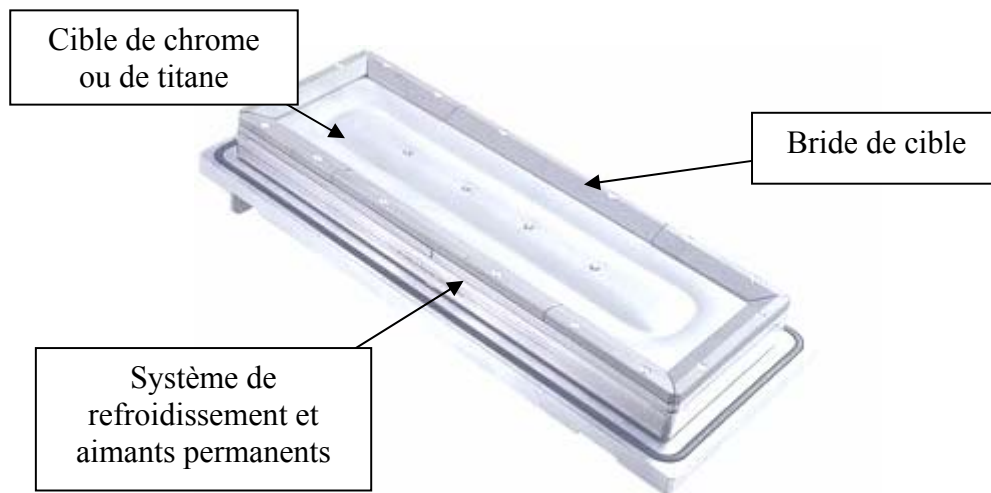
Les dépôts de type CrN et TiN sont fréquemment utilisés au sein de la société HEF pour traiter des pièces telles que des forets de perceuses (Fig. 5.1) afin de les rendre résistantes aux contraintes mécaniques et aux frottements, et de leur procurer un aspect visuel doré ou argenté.

Ce type de couche est déposé par pulvérisation d'une cible de chrome ou de titane avec un système magnétique placé derrière cette cible. Cette technologie s'appelle la pulvérisation d'une cathode magnétron. Avec cette technique, le plasma, produit par polarisation négative de la cible par rapport aux parois de l'enceinte, est confiné à l'avant de la cible par un champ magnétique de type magnétron refermé sur lui-même. Le champ magnétique ainsi créé permet d'éviter la perte des espèces chargées aux extrémités de la structure magnétique, électrons et ions, qui dérivent en sens opposé le long du circuit (ou piste) magnétique. La Fig. 5.2 montre la conception mécanique de ce type de source : la cible de chrome ou de titane est fixée au milieu par des vis et sur les côtés par des brides de cible et un circuit de refroidissement est présent entre l'arrière de la cible et les aimants. Le refroidissement de la cible est essentiel compte tenu du flux de chaleur très important apporté sur la surface par le flux intense de bombardement ionique (forte densité ionique et fort potentiel négatif de la cible par rapport au potentiel plasma).





**Figure 5.1 :** Exemples d'applications de dépôts de type CrN et TiN.



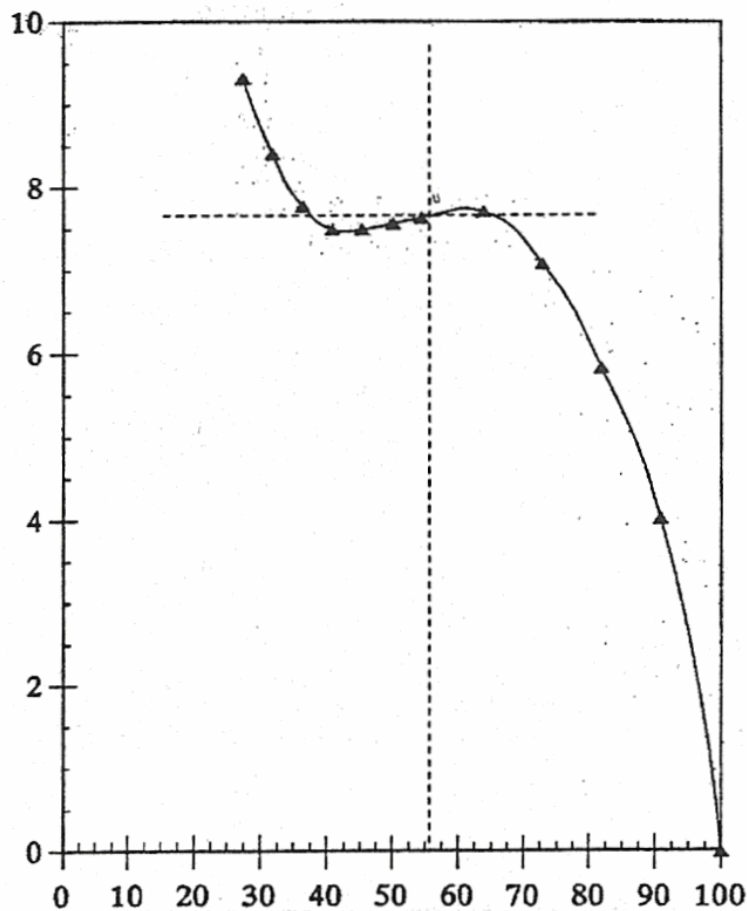
**Figure 5.2 :** Photo d'une cathode magnétron utilisée à HEF.

Afin d'effectuer des dépôts de type CrN et TiN, il est nécessaire d'ajouter un gaz réactif,  $N_2$  dans ce cas précis, en mélange avec l'argon dans la phase gazeuse du plasma. La surface de la cible, soumise au bombardement ionique, est pulvérisée et les atomes métalliques pulvérisés se déposent sur les substrats en regard de la cible et réagissent avec l'azote atomique pour former un nitrure. En effet, l'azote, qui subit des réactions d'ionisation, de dissociation, et d'excitation, réagit à la surface du substrat pour former un composé chimique. La composition chimique du TiN ou du CrN dépend ainsi directement de la quantité de gaz d'azote introduite qui réagit à la surface des substrats pendant le dépôt. Pour maintenir constante cette composition chimique et éviter une dérive de celle-ci dans le temps de cette dernière due à un empoisonnement de la cible et/ou à l'usure de la cible, la solution utilisée chez HEF consiste en un contrôle de l'intensité lumineuse émise par le métal constituant la cible. En effet, le seul contrôle du débit d'azote pendant des dépôts de cette nature n'est pas fiable car, d'une part, l'évolution de la composition chimique des éléments pulvérisés n'est pas proportionnelle au débit d'azote (Fig. 5.3), et, d'autre part, cette évolution est un cycle

d'hystérésis [62-64]. Autrement dit, l'évolution n'est pas la même selon que le débit d'azote augmente ou diminue.

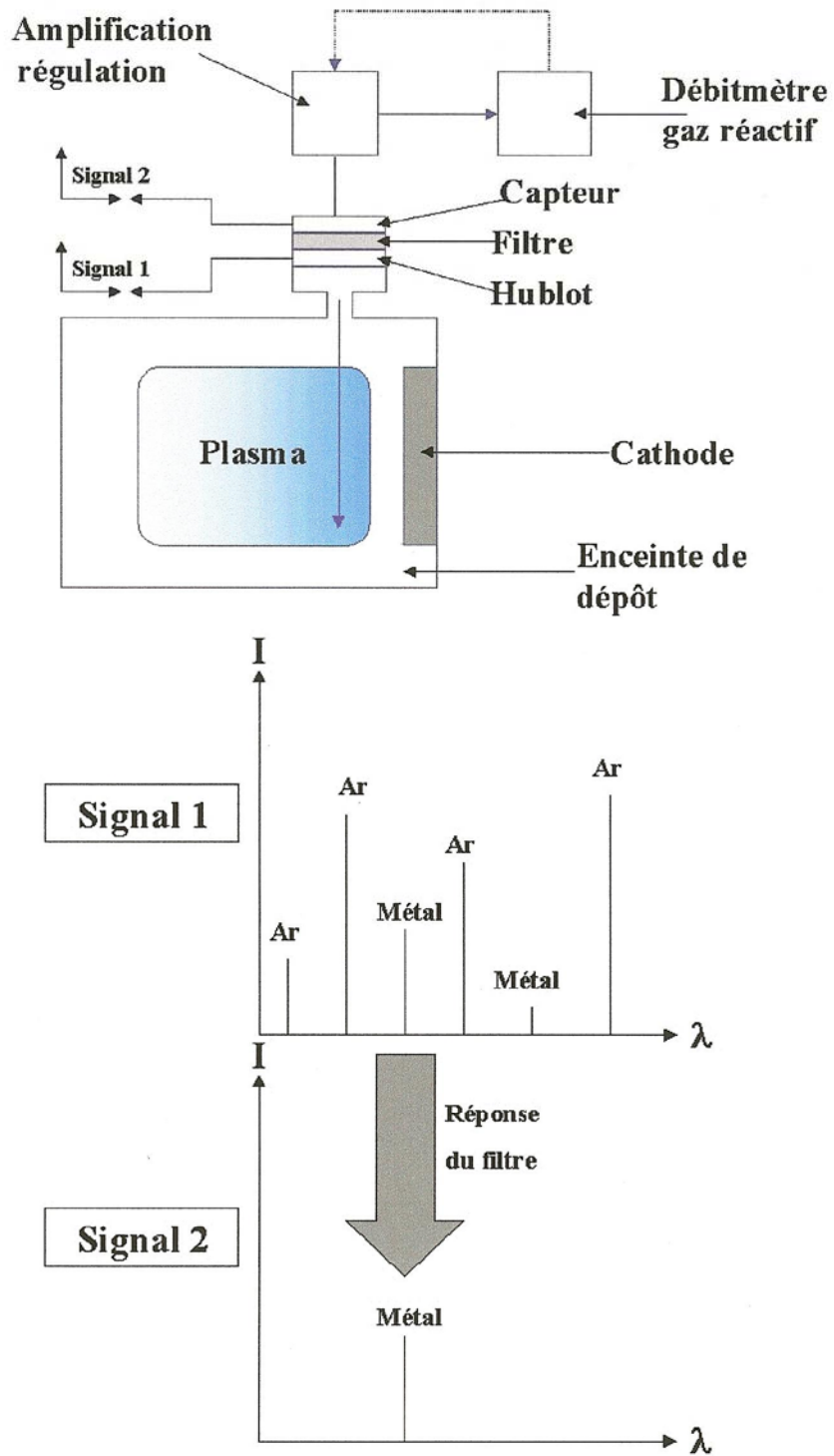
La solution retenue consiste ainsi à réguler le débit automatiquement de manière à maintenir constante l'intensité lumineuse d'une raie caractéristique émise par le métal constituant la cible pendant le procédé avec une mesure de spectroscopie d'émission optique à l'aide d'un filtre qui sélectionne une unique raie distincte de l'argon et de l'azote (Fig. 5.4).

Débit d'azote injecté (sccm)



Pourcentage de l'intensité de la raie 521 nm émise par le titane

**Figure 5.3 :** Évolution du pourcentage de l'intensité lumineuse de la raie à 521 nm du titane en fonction du débit d'azote (sccm).



**Figure 5.4 :** Schéma synthétisant le principe de la mesure pour le contrôle de l'intensité lumineuse émise par le métal constituant la cible.

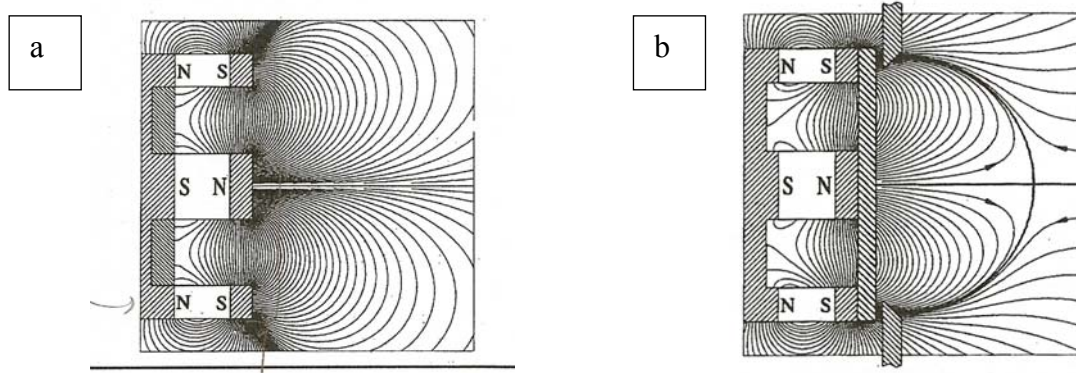
### 5.3. Limitations de la technologie magnétron

La technologie reposant sur la pulvérisation d'une cathode magnétron présente un nombre important d'inconvénients. En effet, l'usure non uniforme des cibles en pulvérisation magnétron (Fig. 5.5) représente un coût économique extrêmement important puisque, dans les configurations usuelles, il n'est pas possible de pulvériser plus du tiers de la matière totale de la cible. Ce rendement matière de 30 % pénalise doublement les industriels des traitements de surface, car, outre un rebut matière de 70 % qui peut s'avérer onéreux en fonction de la nature de la cible, le remplacement des cibles est une opération pouvant nécessiter un volume horaire important. En dehors d'un rendement matière médiocre, la technique de dépôt par pulvérisation magnétron peut engendrer un certain nombre de limitations :

- i) L'utilisation de cibles en matériaux magnétiques peut court-circuiter les lignes de champ magnétique et réduire le rendement d'une cathode magnétron en termes de flux d'ions bombardant la cible et donc de vitesse de dépôt.
- ii) Le dépôt des alliages dans toute la gamme de composition de 0 à 100 % par co-pulvérisation de plusieurs cibles peut être délicat : en effet, le claquage du plasma requiert un seuil de tension minimum appliqué à chaque cible.
- iii) Avec cette technologie, il n'y a pas indépendance entre production du plasma et polarisation de la cible.
- iv) Avec une distance fixe entre la cathode et les pièces à traiter, le domaine de travail en pression est limitée afin de préserver l'énergie des atomes pulvérisés en vue d'un dépôt uniforme sur les pièces.
- v) Le plasma est confiné par le champ magnétique près de la cible, par conséquent l'assistance ionique disponible au niveau des pièces à traiter est très faible. Une des premières solutions consistait à créer un système magnétron déséquilibré [65] (Fig. 5.6) afin de guider avec des lignes de champ magnétique une partie des ions vers le milieu du réacteur. Toutefois, l'efficacité de cette solution reste relativement faible.



**Figure 5.5 :** Photo montrant une usure non uniforme d'une cible utilisée dans une configuration magnétron circulaire.



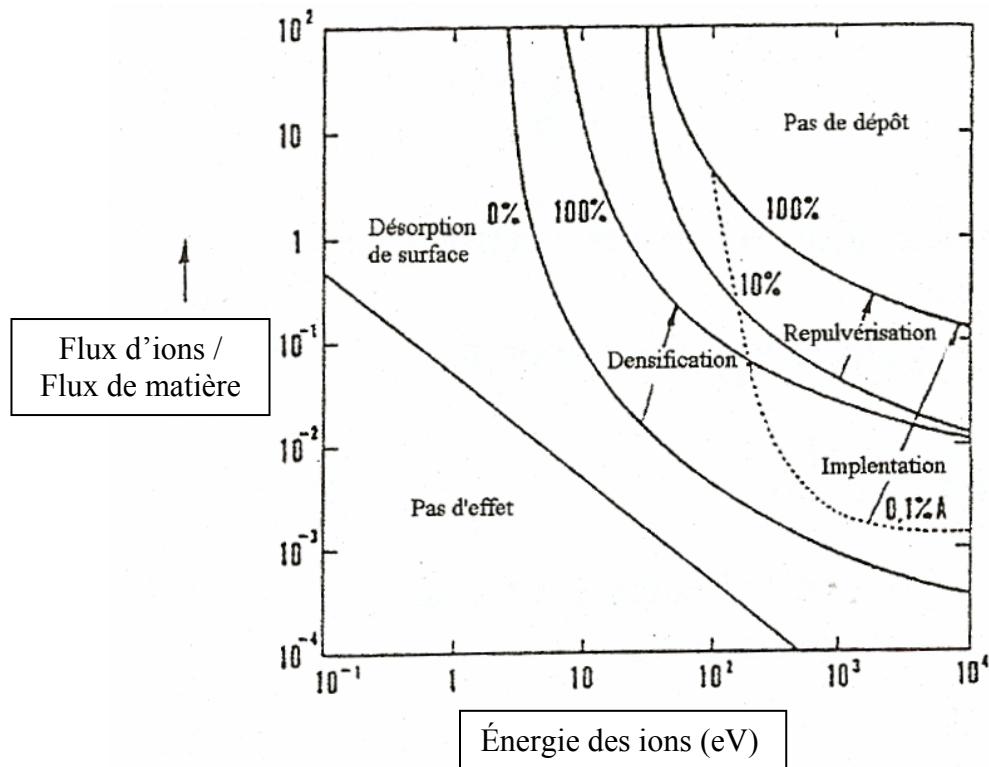
**Figure 5.6 :** Lignes de champ magnétique avec un système magnétron équilibré (a) et avec un système magnétron déséquilibré (b).

#### 5.4. Intérêt de l'assistance ionique par des sources micro-onde

Comme déjà expliqué dans la Section 5.2, un des inconvénients majeurs de la technologie magnétron provient du fait que le plasma reste confiné dans une zone proche de la surface de la cible, ce qui tend à diminuer le flux d'ions bombardant les pièces à traiter. Un faible flux d'ions requiert l'augmentation du potentiel à appliquer aux substrats pour ne pas perdre en qualité de couche en termes de densité (Fig. 5.7). Plus ce potentiel devient important, plus la probabilité de repulvérisation de la couche et d'implantation dans cette couche est élevée.

Afin d'éviter ce problème tout en maintenant la qualité des couches, il a été envisagé d'ajouter une source de plasma indépendante de la cathode magnétron pour augmenter la densité du plasma et donc du flux ionique à la surface des pièces. Cette source de plasma doit pouvoir fonctionner à des pressions les plus basses possibles pour ne pas diminuer l'énergie des atomes éjectés pendant leur parcours entre la cible et les pièces, et doit pouvoir être contrôlée indépendamment de la cathode magnétron. C'est pourquoi le choix de HEF s'est porté sur l'utilisation de sources micro-onde élémentaires qui peuvent fonctionner à des pressions de l'ordre du mTorr et qui créent un plasma indépendant de celui créé par l'alimentation de la cathode sans interaction électromagnétique. L'utilisation d'une boucle RF [3,4] n'est pas fiable pour les grandes dimensions traitées dans le cadre des applications de HEF en raison d'une longueur d'onde  $\lambda$  voisine de ces dimensions de traitement.

La disposition de la cathode magnétron et des sources micro-ondes dans les réacteurs industriels est schématisée sur la Fig. 5.8.

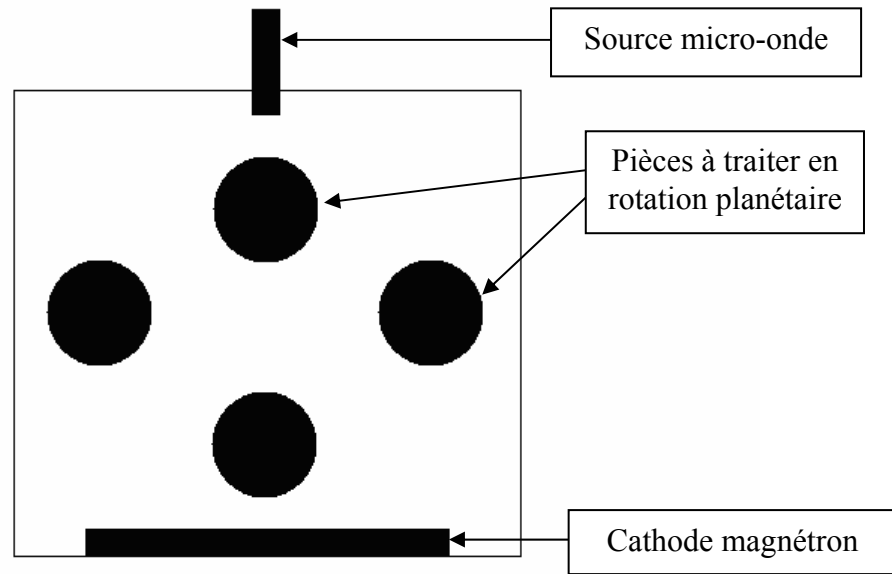


**Figure 5.7 :** Diagramme représentant les différentes réactions possibles en fonction du rapport flux d'ions / flux de matière, et en fonction de l'énergie des ions bombardant la surface.

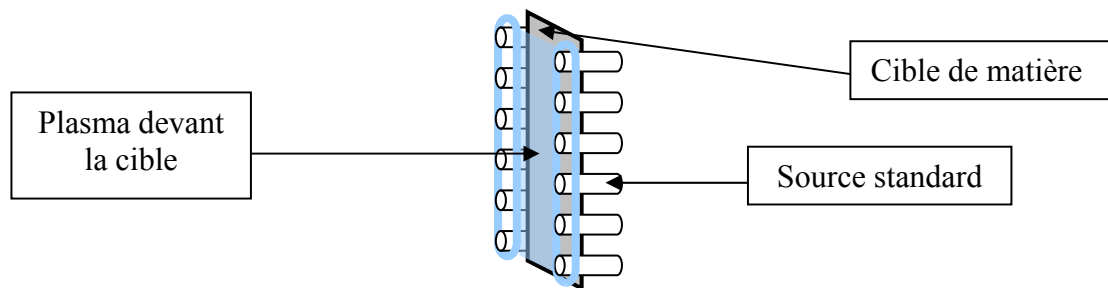
### 5.5. Association de sources élémentaires standard avec une cible sans système magnétique de type magnétron

Avec la disposition décrite sur la Fig. 5.8, le dépôt de matière provenant de la cathode magnétron et le bombardement ionique des couches déposées ne se font pas simultanément. Le potentiel à appliquer sur les pièces afin d'obtenir des couches de bonne qualité en terme de densité pourrait être plus important que dans le cas où le dépôt de matière et le bombardement ionique se ferait simultanément.

Dans le but d'effectuer le dépôt de matière simultanément au bombardement ionique pendant les procédés industriels, plusieurs pistes de développement ont été envisagées. La première [66] consiste à associer des sources micro-onde élémentaires et une cible de matière sans champ magnétique (Fig. 5.9). Le plasma créé par les sources élémentaires sert à bombarder à la fois la cible et les pièces à traiter. Toutefois la cible étant exempte de champ magnétique, il convient de s'assurer que les lignes de champ magnétique créées par l'association des sources élémentaires standard à la surface de la cible sont efficaces pour piéger les électrons secondaires émis. En effet, l'efficacité de ce piégeage est nécessaire pour pouvoir obtenir le maximum de densité au niveau de la cible, et pour ne pas chauffer trop brutalement les pièces à traiter par les électrons secondaires qui sont fortement énergétiques.



**Figure 5.8 :** Vue de dessus schématique d'un réacteur comportant une cathode magnétron et une ligne de sources micro-onde élémentaires standard.

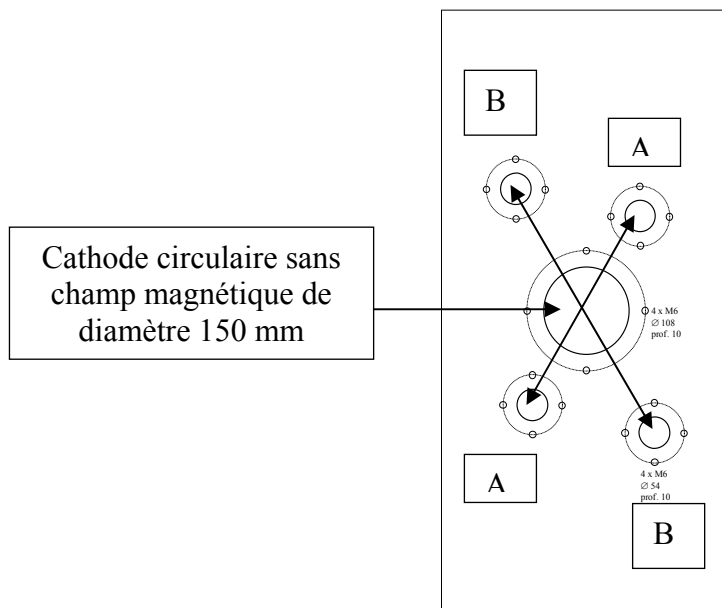


**Figure 5.9 :** Exemple d'association de sources élémentaires standard avec une cible sans système magnétique.

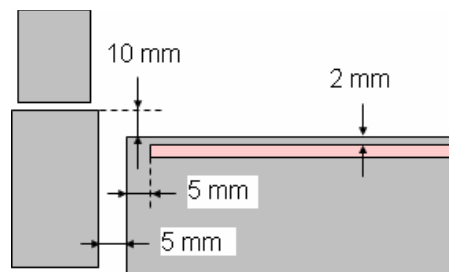
Des premiers tests ont été effectués en positionnant 2 sources élémentaires aux côtés d'une cathode circulaire sans champ magnétique (Figs. 5.10 et 5.11). Dans la position A, la plus proche, les axes des 2 applicateurs sont séparés de 196 mm. Dans la position B, ils sont séparés de 252 mm. Les aimants des deux applicateurs ont des polarités opposées, la Fig. 5.12 permet de voir la répartition spatiale des lignes de champ magnétiques. La caractéristique courant-tension, mesurée sur la cible, avec une puissance incidente totale de 400 W (Fig. 5.13) montre que l'augmentation du courant en fonction du potentiel appliqué sur la cible est quasiment nulle, ce qui démontre un piégeage des électrons secondaires peu efficace et par conséquent que la répartition spatiale des lignes de champ magnétique créée par l'association des aimants des deux applicateurs n'est pas suffisante. De plus les valeurs du courant,



comprises entre 0,24 A et 0,27 A, sont très faibles devant celles d'une cathode magnétron de 150 mm de diamètre qui sont comprises typiquement entre 1,0 et 1,5 A. En fixant les applicateurs sur les emplacements plus éloignés (position B de la Fig. 5.10), leur distance par rapport à la cathode est augmentée de 3 cm. Dans cette position, le courant collecté est encore plus faible : 0,17 A, soit une chute de 30 % environ par rapport à la position A. Ceci confirme que la répartition spatiale des lignes de champ magnétique créée par l'association des aimants des deux applicateurs n'est pas suffisant pour piéger efficacement les électrons secondaires émis par la cathode.

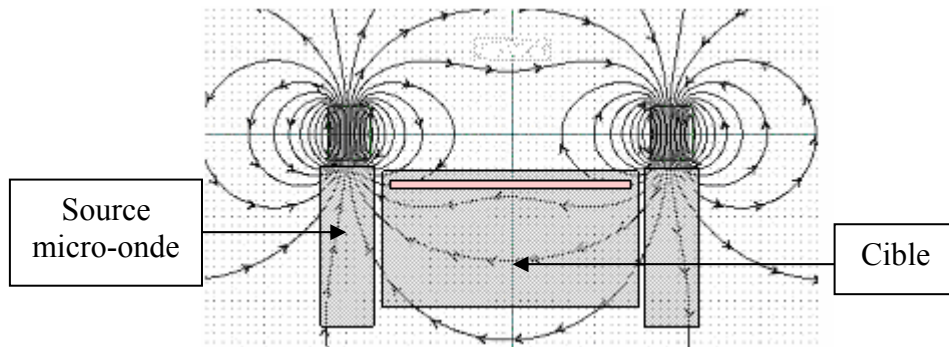


**Figure 5.10 :** Positionnement de deux sources dipolaires micro-onde par rapport à une cible circulaire avec les 2 positions A et B possibles pour deux sources.

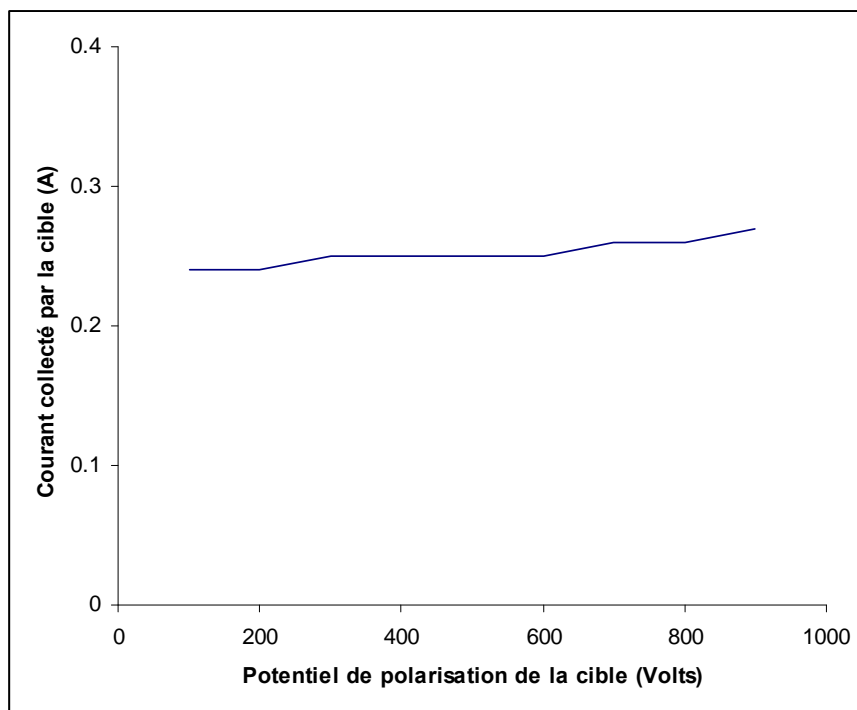


**Figure 5.11 :** Positions relatives de l'applicateur, de l'anode et de la cible (en rose) dans la position proche (position A).



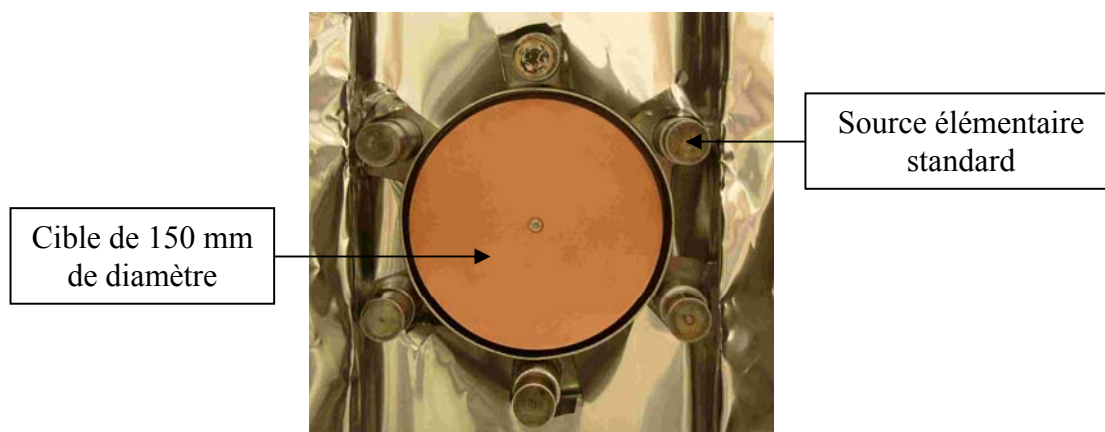


**Figure 5.12 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) avec la disposition testée.



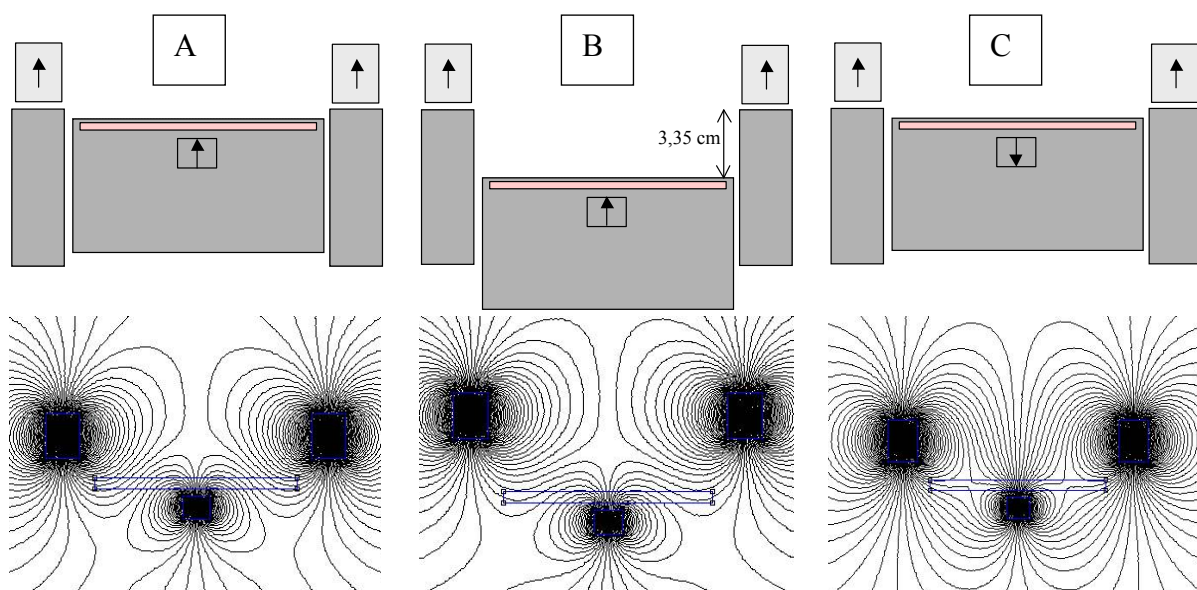
**Figure 5.13 :** Courant collecté sur la cible en fonction de la polarisation de la cible (pression argon 3 mTorr, puissance micro-onde 400 W).

Une deuxième configuration a été testée (Fig. 5.14), en positionnant 6 sources élémentaires autour d'une cathode circulaire de diamètre 150 mm avec la même position relative entre les sources et la cible que la position A (Fig. 5.11). Avec une pression d'argon de 3 mTorr et une puissance totale incidente de 400 W, le courant collecté moyen par la cathode, polarisée avec un potentiel DC de - 500 V, est de l'ordre de 0,36 A. Ce résultat montre l'importance du nombre d'applicateurs sur l'efficacité de l'association des aimants contenus dans les sources micro-onde avec une cible dénuée de champ magnétique de type magnétron. En effet, lorsque le nombre de sources micro-onde individuelles augmente, le circuit magnétique créé par l'ensemble des dipôles devient plus efficace pour piéger les électrons. Toutefois, le courant collecté par la cathode reste très inférieur aux ordres de grandeur obtenus avec une cible circulaire magnétron classique.



**Figure 5.14 :** Vue de face de la cible et des sources placées en périphérie.

D'autres dispositions utilisant uniquement deux sources micro-onde ont alors été testées en plaçant un aimant derrière la cible et en modifiant la profondeur de pénétration des sources dans le réacteur. La Fig. 5.15 montre les schémas des dispositions testées et les configurations des lignes de champ magnétique correspondantes. Le tableau XVI résumant les courants collectés pour les dispositions A, B et C montre que le courant collecté a augmenté mais reste toujours inférieur à 1 A.

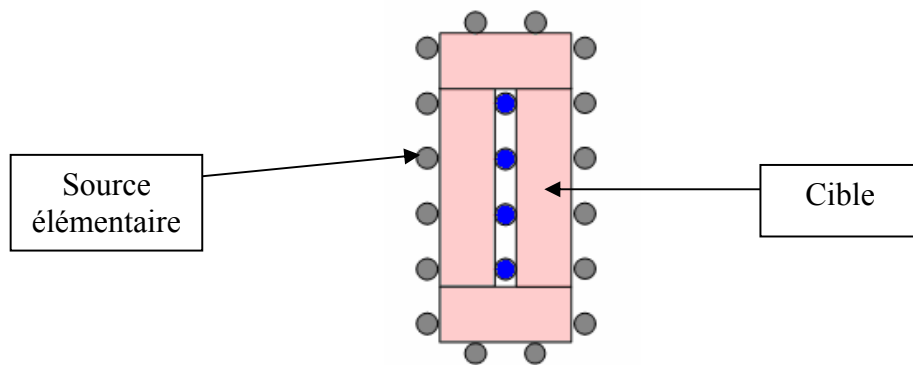


**Figure 5.15 :** Différentes configurations (logiciel FEMM) de lignes de champ magnétiques testées.

Configuration	A	B	C
Courant cathode (A)	0,31	0,33	0,32

**Tableau XVI :** Courant collecté sur la cathode, polarisée avec un potentiel DC de -500 V, en fonction de la disposition magnétique.

L'ensemble des résultats obtenus avec les différentes dispositions magnétiques testées montre qu'il est difficile d'obtenir un courant collecté par la cathode satisfaisant sans système magnétron standard placé derrière la cible avec l'association de sources élémentaires et d'une cible dénuée de champ magnétique de type magnétron. La seule possibilité envisageable serait de positionner un nombre important de sources standard au milieu et le long de la périphérie d'une cible afin de fermer le circuit magnétique (Fig. 5.16) et d'empêcher ainsi la perte des électrons qui dérivent le long de ce circuit magnétique. Toutefois, cette solution rendrait la conception mécanique du système et de la cathode trop délicate et trop onéreuse pour pouvoir l'envisager dans le cadre d'une utilisation industrielle.

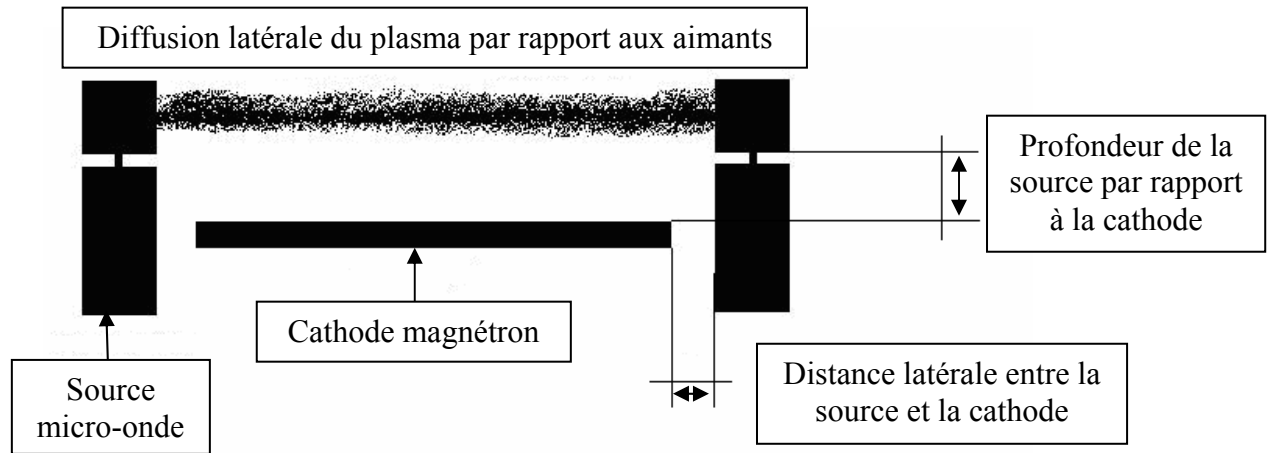


**Figure 5.16 :** Disposition des sources élémentaires permettant de former un circuit magnétique fermé (les polarités magnétiques des sources centrales et périphériques sont alternées).

## 5.6. Association de sources élémentaires standard avec une cible magnétron

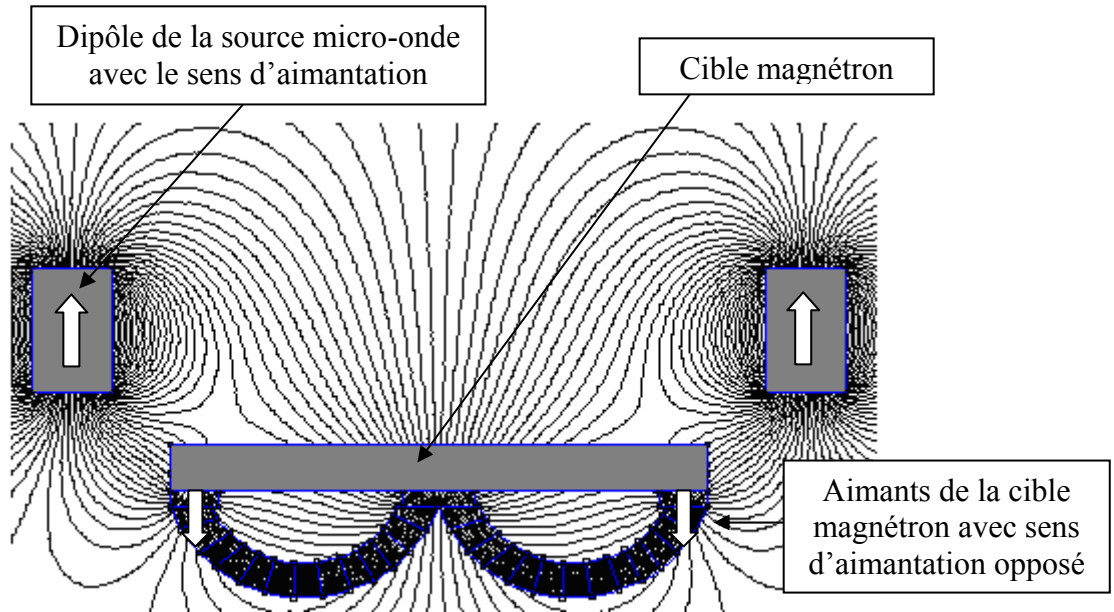
La solution qui consiste à associer des sources élémentaires standard avec une cible dénuée de système magnétique de type magnétron afin d'effectuer un dépôt de matière simultanément au bombardement ionique n'ayant pas été retenue, une autre piste de développement a été étudiée. Celle-ci consiste à placer deux lignes de sources micro-onde standard aux côtés d'une cathode magnétron [66] comme schématisé sur la Fig. 5.9. Cette configuration permet de s'affranchir de la difficulté liée au fait qu'il est nécessaire de positionner un nombre important de sources dans le voisinage de la cathode puisque le champ magnétique de type magnétron permet à lui seul de fermer le circuit magnétique. Néanmoins, deux problématiques sont apparues dès la conception d'un tel système :

- i) Il est nécessaire que le plasma créé sur toute la zone située devant la cible soit le plus uniforme possible, notamment selon la largeur (Fig. 5.17). Or ce paramètre dépend de la configuration des lignes de champ magnétique dans cette zone et de la longueur de diffusion fortement dépendante de la pression de travail.
- ii) Il est utile de choisir la disposition magnétique des aimants des sources micro-onde utilisés par rapport aux aimants de la cathode afin de ne pas perdre l'efficacité du système magnétron de la cible.

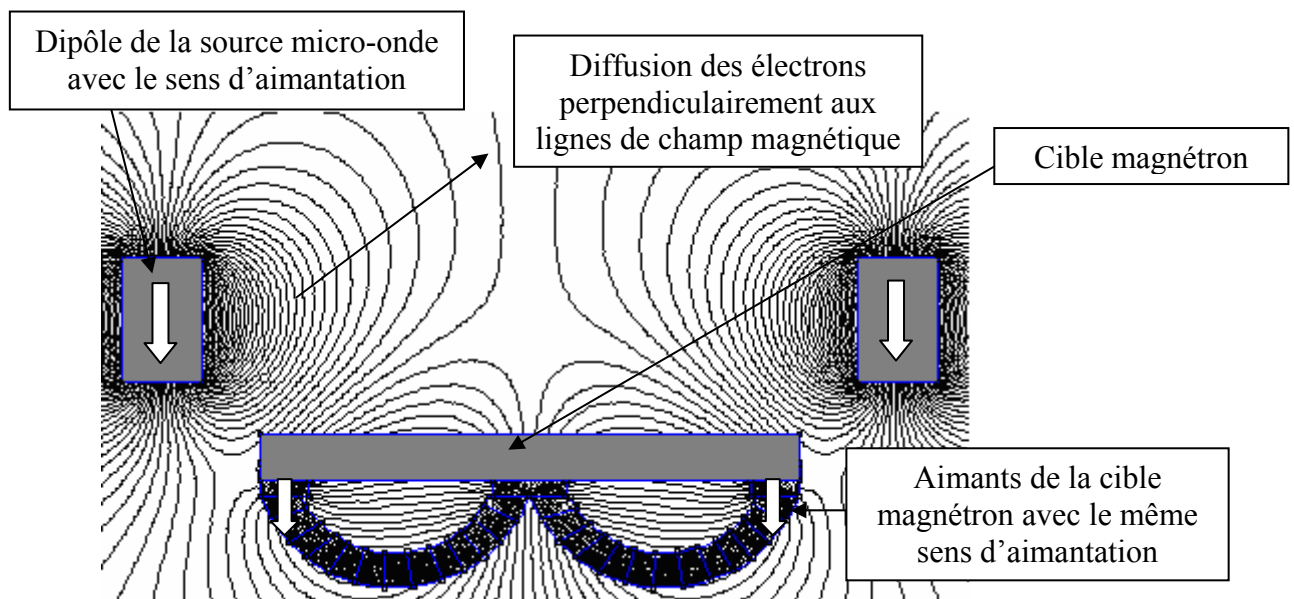


*Figure 5.17 : Représentation schématique du dispositif envisagé.*

Deux configurations magnétiques sont possibles : l'une avec des aimants utilisés pour les sources standard de polarité alternée avec celle des aimants utilisés pour la cathode magnétron, et l'autre avec des polarités identiques. Les Figs. 5.18 et 5.19 montrent les lignes de champ magnétique, calculées avec le logiciel FEMM, pour ces deux configurations. Il apparaît clairement que la première configuration citée ci-dessus ne permet plus au système magnétron de conserver efficacement les électrons au niveau de la surface de la cible. En effet, les lignes de champ magnétique partant de la surface de la cathode vont directement vers le milieu du réacteur et vers les sources micro-ondes. Ceci risque de créer un échauffement très important des sources micro-ondes par les électrons secondaires émis par la cathode. Par conséquent, la configuration correspondant à une même polarité des aimants de la source micro-onde et des aimants de la cible paraît plus pertinente. Toutefois, la diffusion des électrons telle qu'envisagée sur la Fig. 5.17 est fortement perturbée par le système magnétique au voisinage de la zone de jonction des champs magnétiques des sources micro-onde et du magnétron. D'après la Fig. 5.19, la diffusion des électrons perpendiculairement aux lignes de champ magnétique n'est pas parallèle à la surface de la cathode, et la modification des lignes de champ magnétique au niveau de l'extrémité de la cible peut avoir une conséquence directe sur l'usure de la bride de fixation de cible.



**Figure 5.18 :** Configuration des lignes de champ magnétique (logiciel FEMM) avec des aimants utilisés pour les sources standard de polarité alternée avec celle des aimants périphériques du système magnétron.



**Figure 5.19 :** Configuration des lignes de champ magnétique (logiciel FEMM) avec des aimants utilisés pour les sources standard de même polarité que celles des aimants périphériques du système magnétron.

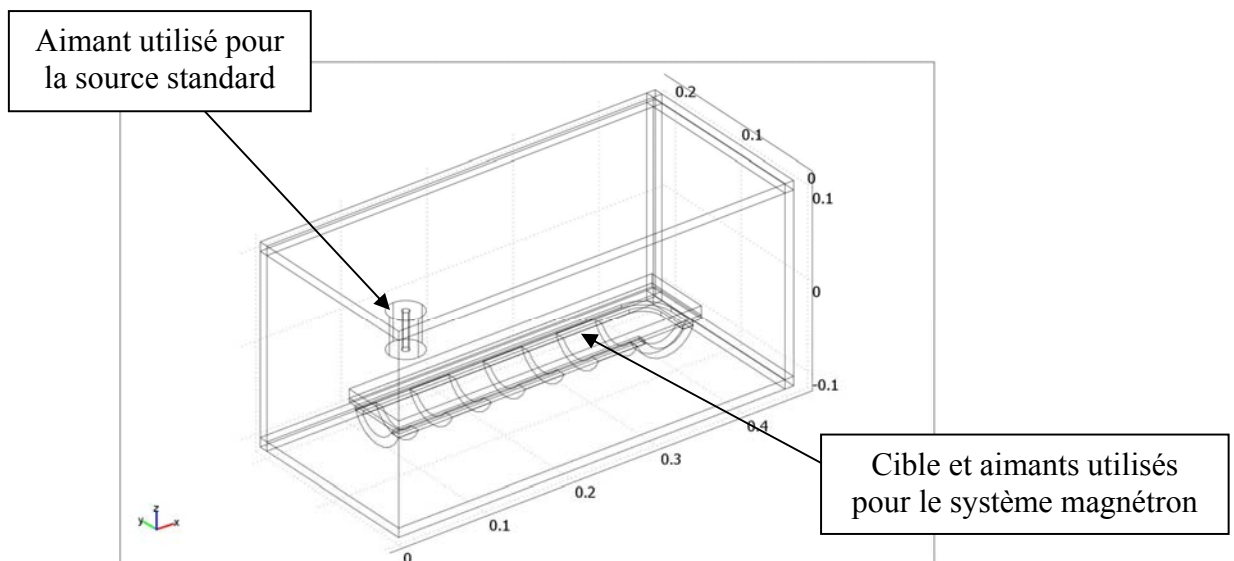
Une modélisation en 3D a été effectuée avec Comsol en utilisant le modèle représenté sur la Fig. 5.20.

L'objectif est de déterminer le rapport  $B_z/B$  dans le plan de la surface de la cible, où  $B_z$  est la composante perpendiculaire à la surface de la cible et  $B$  le module de  $\mathbf{B}$ . En principe, plus la composante  $B_z$  est importante, moins les électrons restent au voisinage de la cible et moins l'usure de cette dernière est importante. Ce rapport doit donc permettre de prévoir théoriquement le profil d'érosion d'une cible en fonction du champ magnétique [67,68].

La Fig. 5.21 représente le rapport cité ci-dessus pour la configuration suivante : une profondeur de la source par rapport à la cathode (cf. Fig. 5.17) de 50 mm et une distance latérale entre la source et la cathode de 45 mm. On peut observer que l'érosion au niveau de l'extrémité de la cible, et donc au niveau de la bride de cible est importante au voisinage de la source élémentaire. Plusieurs modélisations ont permis de montrer que la diminution de l'érosion de la bride peut être obtenue soit par augmentation de la profondeur de la source dans le réacteur, soit par éloignement de la source de l'extrémité de la cible.

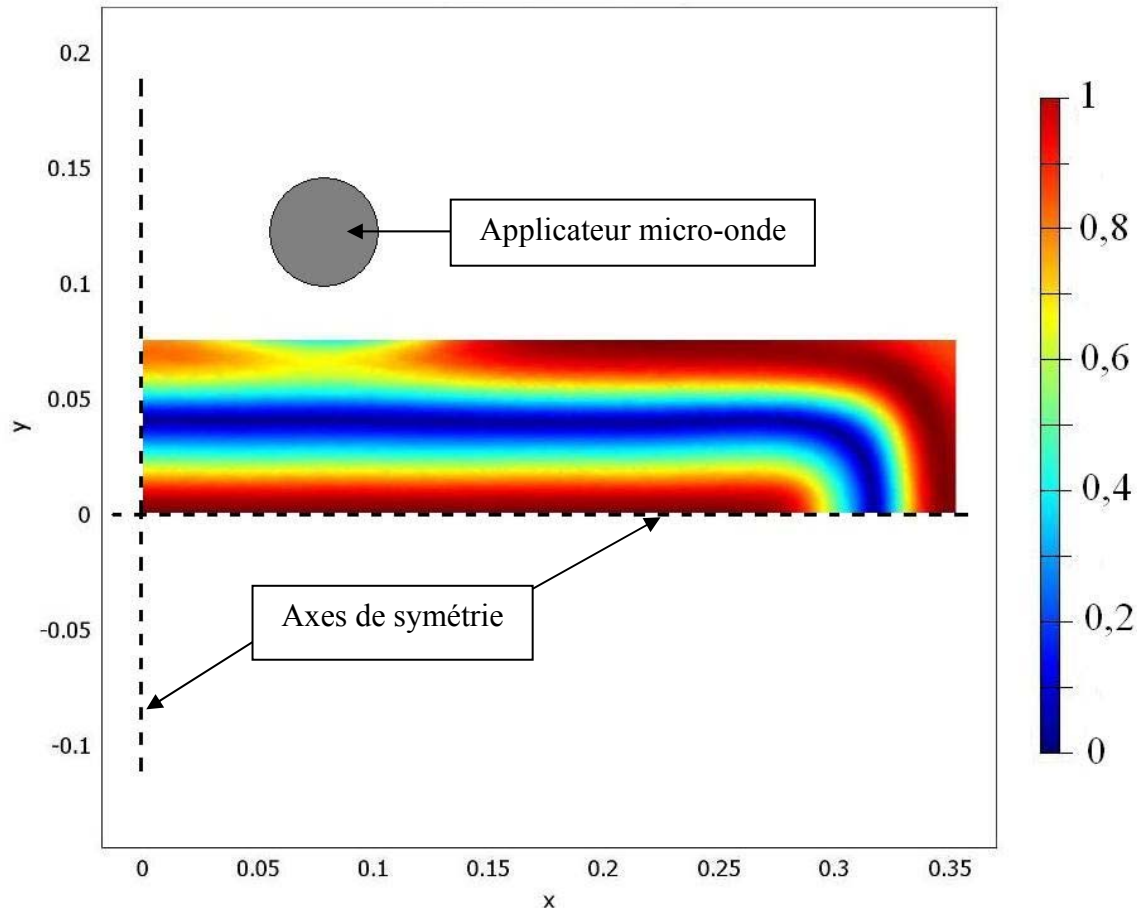
Les deux solutions présentent des inconvénients majeurs :

- Dans le premier cas, c'est-à-dire par augmentation de la profondeur de la source, le risque est le dépôt de vapeur métallique sur la source et dans l'applicateur. De plus, l'encombrement dans le réacteur industriel devient trop important.
- Dans le deuxième cas, la proximité de la source avec la paroi latérale du réacteur devient trop grande, ce qui augmente de manière considérable la perte des électrons créés dans les zones de couplage RCE en vis-à-vis de cette paroi.



**Figure 5.20 : Modèle 3D utilisé avec Comsol.**





**Figure 5.21 :** Évolution du rapport  $B_z/B$  dans le plan de la cible (échelle de couleurs).

Par conséquent ces résultats de modélisation ne permettent pas de choisir le concept d'association de sources élémentaires standard avec une cathode magnétron puisque le risque de détruire la bride permettant de fixer la cible devient trop important.

## 5.7. Association de la source étendue avec une cathode magnétron

L'association de sources élémentaires standard avec une cathode dénuée ou non de son champ magnétique magnétron n'ayant pas été validée d'un point de vue industriel, la configuration qui a été choisie et commencée à être développée est celle qui associe la source étendue de génération 3, avec une cathode magnétron.

### 5.7.1. Principe de fonctionnement et objectifs visés

Le principal objectif de cette association reste de pouvoir effectuer le dépôt simultanément au bombardement ionique par la source étendue. Contrairement aux sources élémentaires, la perte d'électrons sur les parois latérales du réacteur est nettement diminuée puisque la diffusion du plasma est principalement dirigée vers le centre du réacteur. En revanche, le fait de placer la source étendue aux côtés de la cathode sur la même face du réacteur nécessite une

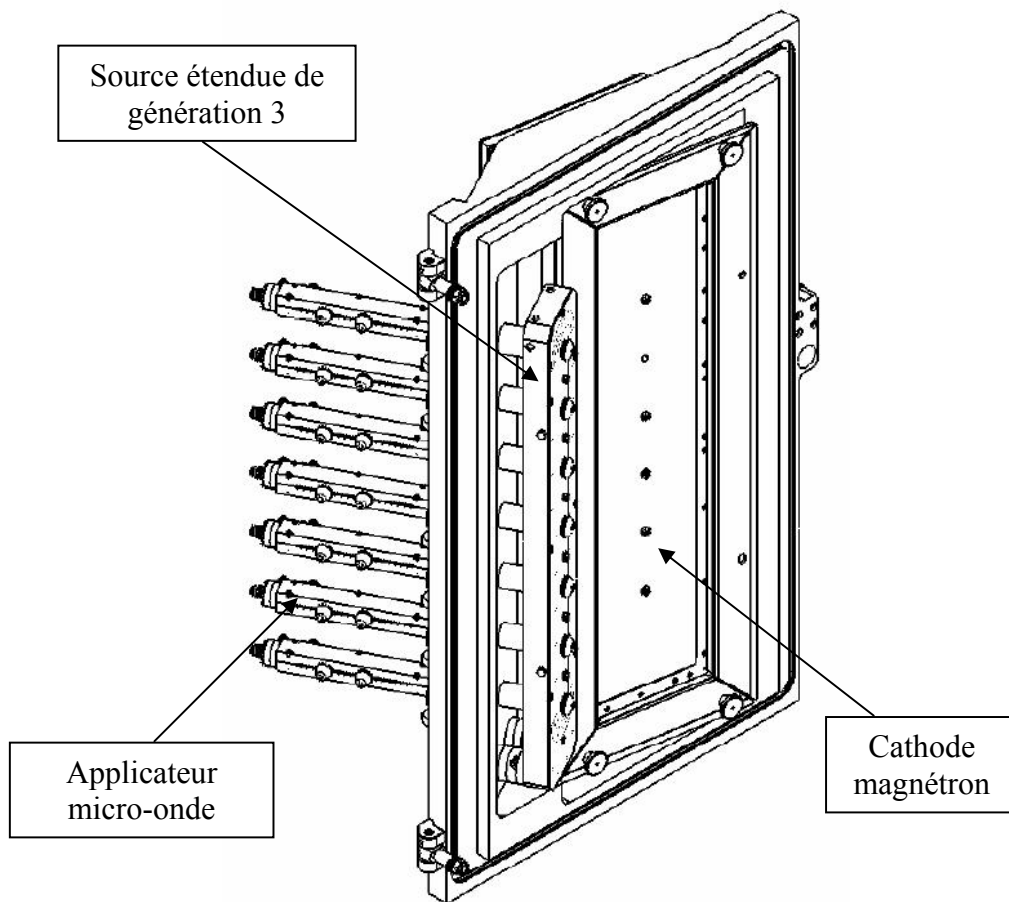
orientation de la source micro-onde afin que le maximum des ions produits par celle-ci arrive à atteindre les pièces à traiter (Fig. 5.22).

La distribution spatiale des lignes de champ magnétique créées par l'association de la source avec la cathode ont été réalisées avec le logiciel FEMM pour deux configuration magnétiques possibles, une configuration avec la même polarité des aimants présents dans la cathode et dans la source (Fig. 5.23), et une configuration en polarités alternées (Fig. 5.24).

La Fig. 5.23 nous permet de voir, qu'avec l'utilisation d'une configuration mêmes polarités, la diffusion des électrons créés par la source étendue est dirigée vers le centre du réacteur. Cette figure nous montre qu'il est possible que certains électrons secondaires créés vers le milieu de la cathode peuvent être guidés par des lignes de champ magnétique jusqu'à l'extrémité gauche de la source étendue. Ceci aurait pour conséquence directe un échauffement local important à ce niveau de la source.

La Fig. 5.24 nous montre qu'avec l'utilisation d'une configuration polarités alternées, la diffusion des électrons créés par la source étendue est plus orientée vers la cathode. Cette figure montre qu'avec cette configuration magnétique la partie centrale de la source étendue serait la plus exposée au bombardement d'électrons secondaires énergétiques, et risque donc de subir un échauffement local important.

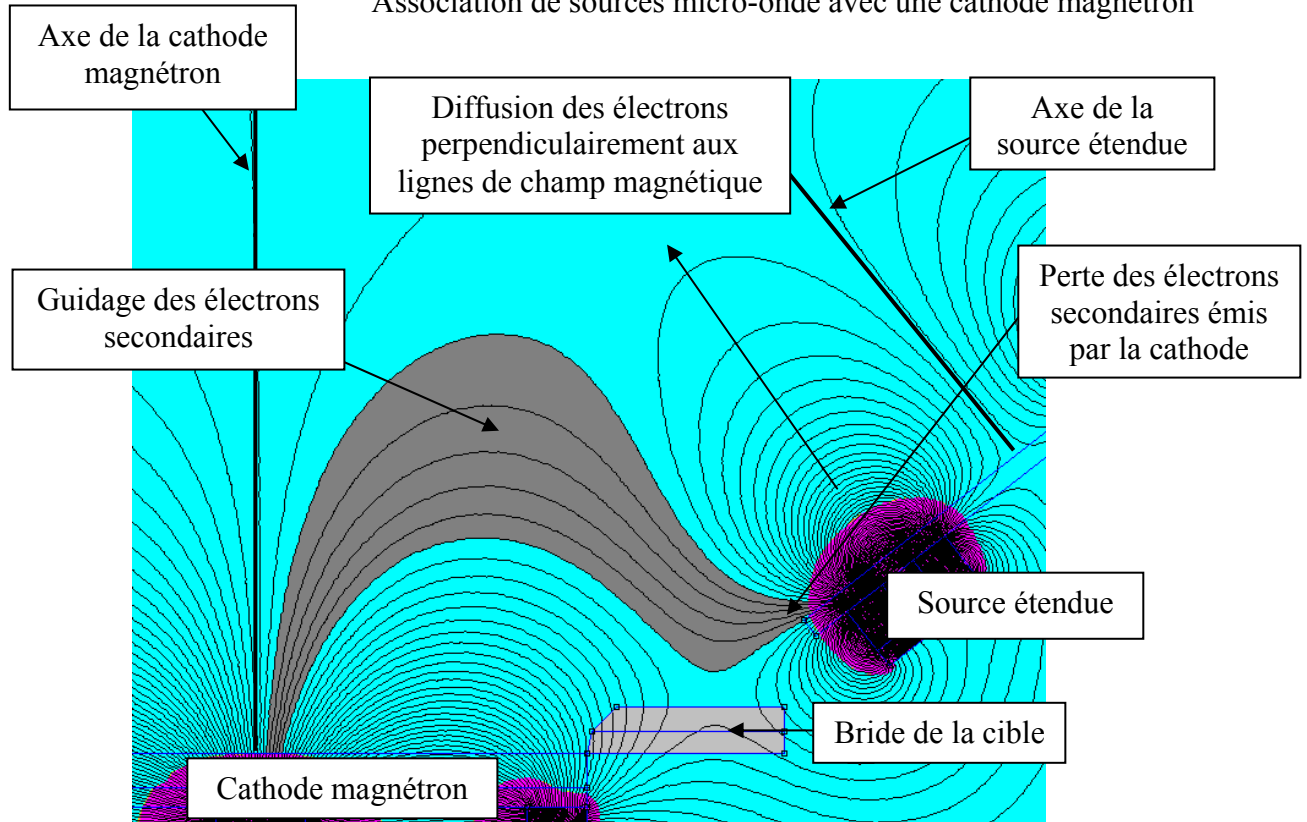
Il est à noter que l'angle d'inclinaison et que les distances relatives entre la cathode magnétron et la source étendue ne modifient que très peu la répartition spatiale des lignes de champ magnétiques.



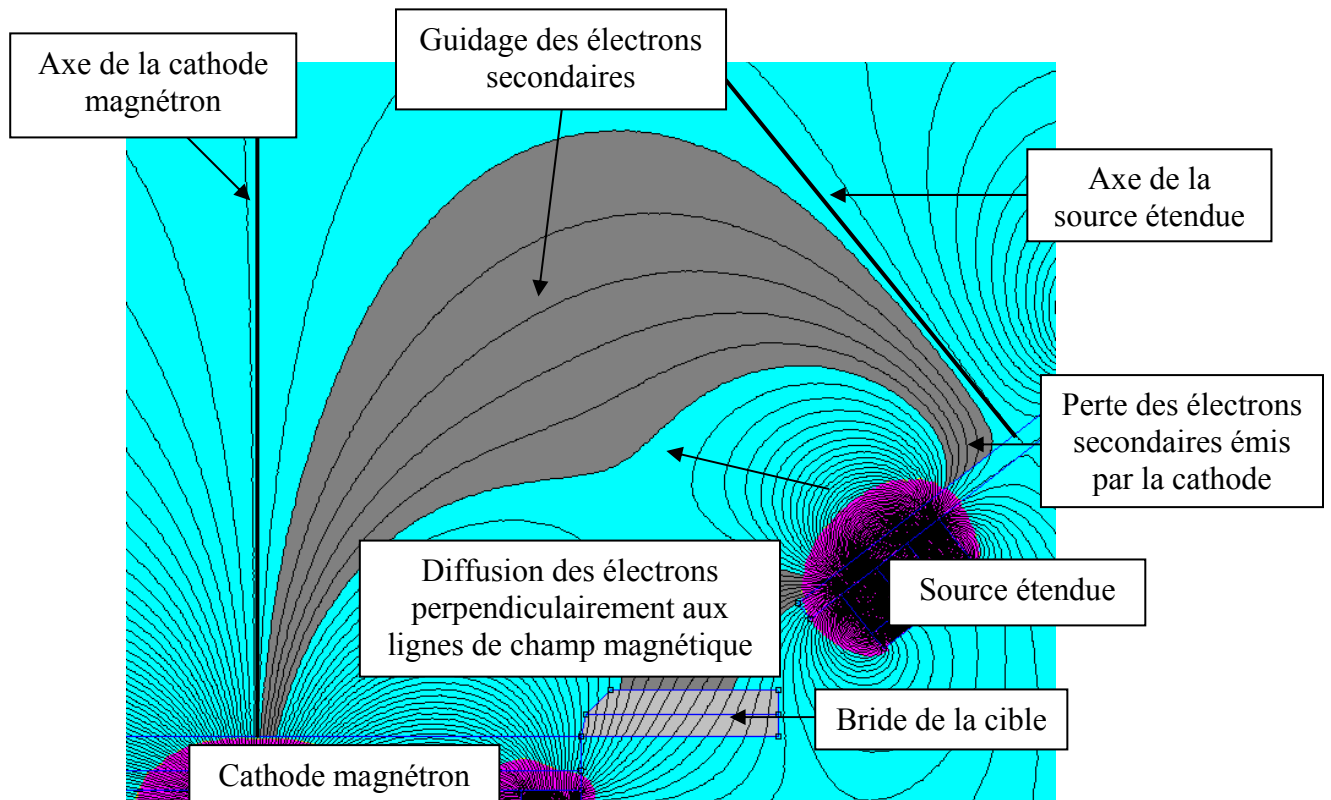
**Figure 5.22 :** Schéma de l'installation associant la source étendue à la cathode magnétron.



# Association de sources micro-onde avec une cathode magnétron



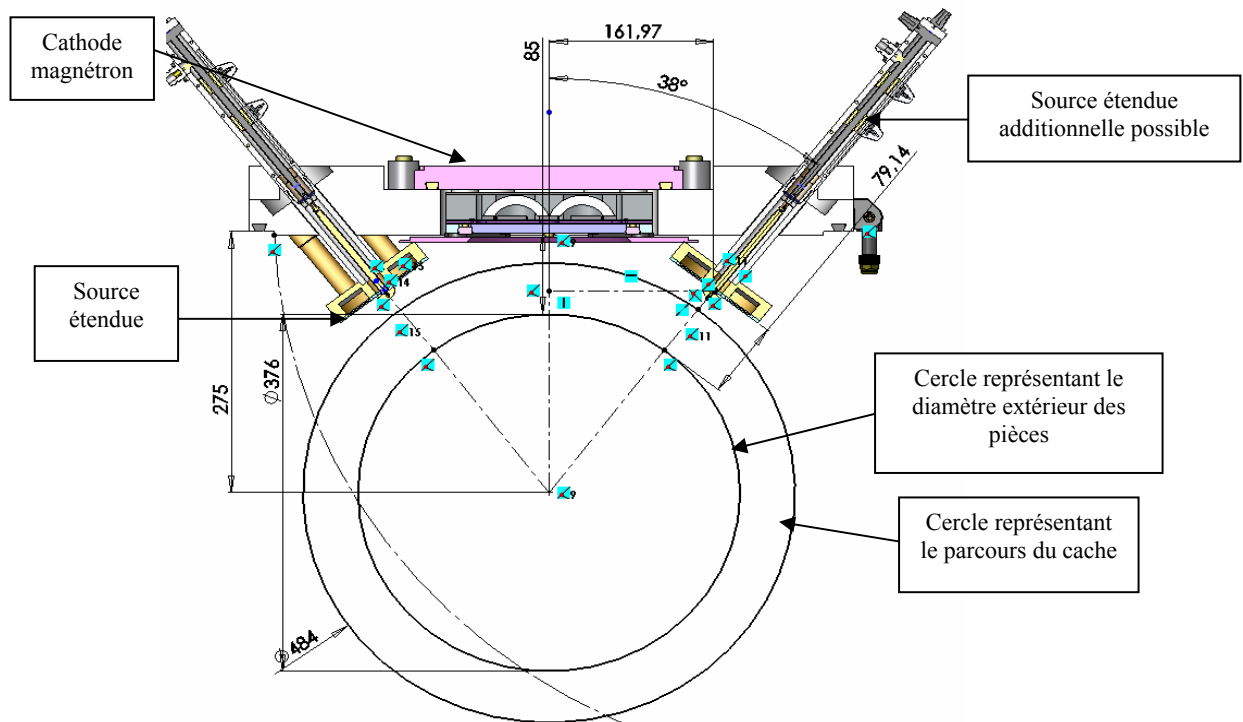
**Figure 5.23 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) avec la configuration mêmes polarités.



**Figure 5.24 :** Configuration magnétique (logiciel FEMM) avec la configuration polarités alternées.

### 5.7.2. Conception mécanique du système

La conception mécanique de la source étendue est identique à celle décrite dans la Section 4.2. La Fig. 5.25 représente une vue de dessus de l'association de la source étendue avec la cathode magnétron. Sur ce schéma deux sources étendues sont représentées mais le prototype reste identique à celui présenté sur la Fig. 5.22. L'angle d'inclinaison de  $38^\circ$  des sources étendues permet d'aligner l'axe de la source micro-ondes avec le centre du réacteur. Les différentes cotes fixées permettent, d'une part, d'assurer un montage relativement simple du système, et, d'autre part, de ne pas gêner le mouvement des pièces et du cache servant à protéger la cible.



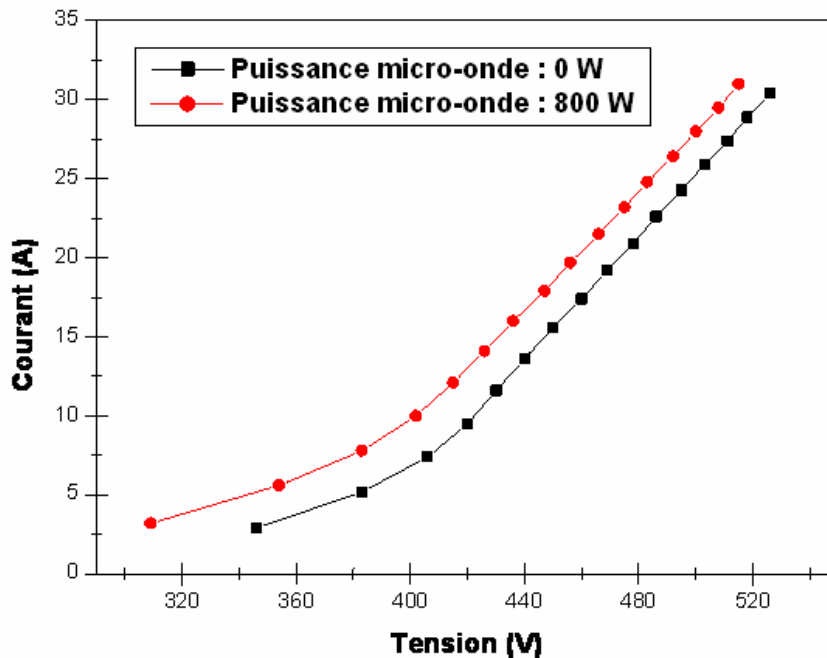
*Figure 5.25 : Vue de dessus du système source allongée – cathode magnétron.*

### 5.7.3. Tests de fonctionnement

Les différents tests d'amorçage effectués avec une source étendue (Figs. 5.24 et 5.25) comprenant 4 applicateurs dans différentes conditions opératoires n'ont pas révélés de difficultés pour allumer un plasma, une puissance incidente d'environ 500 W est suffisante après l'allumage de la cathode magnétron.

Dans un premier temps, des caractéristiques courant-tension (Fig. 5.26) sur une cible de chrome ont été réalisées avec et sans alimentation de puissance micro-onde incidente et ce pour les deux configurations magnétiques. L'objectif est de déterminer l'efficacité de transfert d'électrons entre la source micro-onde et la cathode magnétron, mais aussi d'établir l'influence de la configuration magnétique. La puissance micro-onde utilisée est de 800 W, et la pression d'argon est d'environ 2,5 mTorr.

Les résultats obtenus montrent qu'il n'y a aucune différence selon la configuration magnétique utilisée, et que la présence du plasma micro-onde à proximité de la cathode magnétron n'augmente que très légèrement le courant (Fig. 5.26). Par conséquent le transfert d'électrons d'une source à l'autre n'est pas efficace quelle que soit la configuration magnétique.



**Figure 5.26 :** Évolution du courant collecté par la cible magnétron en fonction de la polarisation de la cible avec et sans puissance micro-onde dans les deux configurations magnétiques (pression argon 2,5 mTorr).

Une deuxième série de mesures consiste à enregistrer le courant collecté par les montages présents dans le réacteur en modifiant la position de la source micro-onde dans le réacteur ainsi que la configuration magnétique lorsque cette source est placée à proximité de la cathode magnétron.

Ainsi trois dispositions ont été testées :

- i) La première en positionnant la source étendue sur la face du réacteur qui est en vis-à-vis de la cathode magnétron tout comme la ligne de sources micro-ondes élémentaires standard qui est actuellement utilisée (cf. Fig. 5.8).
- ii) La deuxième en positionnant la source étendue à proximité de la cathode magnétron (cf. Fig. 5.22) avec une configuration même polarités.
- iii) La troisième en positionnant la source étendue à proximité de la cathode magnétron avec une configuration polarités alternées.

Dans les trois dispositions, la source étendue est équipée de 4 applicateurs. Les conditions utilisées pour les mesures du courant collecté par les montages sont les suivantes : puissance micro-onde de 800 W, pression d'argon de 3 mTorr, potentiel continu (DC) sur les 5 faux montages en rotation planétaire de - 50 V, cathode magnétron non alimentée. Le Tableau XVII présente les valeurs de courant avec les différentes configurations. Les pièces étant en mouvement dans le réacteur pendant les mesures, le courant mesuré n'est pas constant selon

la position des pièces par rapport à la source étendue. C'est pourquoi, pour chaque configuration, il est nécessaire de relever la courant minimum et le courant maximum. Les résultats montrent une chute du courant de l'ordre de 25 % lorsque la source est à proximité de la cathode quelle que soit la configuration magnétique par rapport à la première configuration où la source est positionnée sur la face opposée à la cathode. Par conséquent, toutes les espèces chargées créées par la source étendue ne sont jamais collectées par les pièces, ce qui démontre que l'on a une perte d'électrons et d'ions. Ces mesures permettent également de conclure sur le fait que le changement de configuration magnétique ne change pas radicalement le courant collecté par les pièces, aux erreurs de mesure près.

Disposition	Courant minimum (A)	Courant maximum (A)
Source sur la face opposée	1,70	1,78
Source proche mêmes polarités	1,31	1,35
Source proche polarités alternées	1,34	1,39

**Tableau XVII :** Mesures de courant collecté par les faux montages avec les trois dispositions (cathode magnétron non alimentée, puissance micro-onde 800 W, pression argon 3 mTorr, potentiel DC sur les faux montages - 50 Volts).

Les différents tests effectués ont permis de montrer que la disposition magnétique des aimants de la source étendue et de la cathode magnétron n'a aucune influence sur le transfert d'électrons entre les deux sources, ainsi que sur le courant collecté par les pièces présentes dans le réacteur. Par contre, la présence de la source étendue à proximité de la cathode conduit à une perte non négligeable des électrons créés par la source micro-onde.

#### 5.7.4. Tests de dépôts CrN

Plusieurs tests de dépôts de CrN ont été effectués avec les configurations présentées dans la section précédente. Le tableau XVIII regroupe les résultats obtenus (Annexe C) et permet de les comparer à ceux obtenus avec une configuration dite standard. Cette dernière, actuellement utilisée, de manière courante est constituée d'une ligne de 8 sources élémentaires standard positionnées sur la face opposée à la cathode.

L'ajustement du débit d'azote injecté dans le réacteur pendant le procédé est effectué automatiquement pour obtenir 50 % de l'intensité lumineuse de la raie correspondante au chrome émise sans azote (cf. Section 5.2). La puissance micro-onde incidente est maintenue constante à 1350 W pour toutes les configurations, la puissance appliquée sur la cathode magnétron est de 13,2 kW (DC), et le potentiel DC pulsé appliqué sur les pièces est de -100 V.

La mesure du pourcentage de réflectivité de la couche de CrN est noté R.

Disposition	Débit Ar (sccm)	Débit N <sub>2</sub> (sccm)	Pression (mTorr)	Courant PS (A)	Épaisseur (µm)	R (%)	HRC 150 kg	Dureté (Hv)	Module Young (GPa)
face à la cathode	65	92	4,0	3,0	2,5	40	HF1	2100	295
mêmes polarités	65	90	4,0	2,2	2,5	12	HF1	1200	240
polarités alternées	65	120	4,4	2,1	2,0	38	HF1	2400	291
sources standard	65	91	4,0	3,4	2,2	38	HF1	2300	295

**Tableau XVIII :** Propriétés des couches de CrN obtenues avec les différentes dispositions (puissance micro-onde 1350 W, puissance cathode magnétron 13,2 kW, potentiel DC pulsé sur les pièces -100 V).

Les différentes propriétés examinées pour les couches obtenues avec une ligne de 8 sources élémentaires standard et avec une source étendue comprenant 4 applicateurs, positionnées sur la face opposée à la cathode, sont similaires. Seul le courant collecté par les montages pendant le procédé est modifié puisqu'on obtient 3 A avec la source allongée contre 3,4 A avec une ligne de 8 sources élémentaires. Ceci s'explique par le fait que la densité de puissance micro-ondes suivant la longueur est divisée par 2 avec la source étendue utilisant uniquement 4 applicateur.

Lorsque la source étendue est positionnée à proximité de la cathode en configuration mêmes polarités, les propriétés obtenues ne sont plus satisfaisantes. Ceci s'explique par une chute du courant collecté par les pièces de 3 à 2,2 A, et donc une chute du flux d'ions bombardant la couche.

Néanmoins, lorsque la configuration magnétique polarités alternées est utilisée, les propriétés de la couche sont similaires à celles obtenues avec les sources micro-ondes positionnées face à la cathode bien que l'épaisseur soit de 2,0  $\mu\text{m}$  contre 2,5  $\mu\text{m}$  alors que le courant collecté par les pièces pendant le procédé reste faible à environ 2,2 A. Cette observation s'explique par un débit d'azote plus important pour obtenir la moitié de l'intensité lumineuse émise par la raie correspondante au chrome par rapport à l'intensité émise sans azote avec la configuration polarités alternées. En effet, un débit d'azote plus important induit une contamination plus importante de la surface de la cible de chrome, ce qui réduit le rendement de pulvérisation de la matière et donc l'épaisseur de la couche déposée. D'après la Fig. 5.7, la diminution du flux de matière arrivant à la surface requiert un flux d'ions plus faible pour obtenir la même densité de la couche CrN.

D'autres tests de dépôts ont été effectués à très basse pression avec la configuration magnétique mêmes polarités. En effet, la proximité de la source micro-ondes avec la cathode magnétron permet à cette dernière de s'auto alimenter plus facilement en électrons et donc de rester stable pendant le procédé même pour des pressions partielle d'argon inférieures à 1 mTorr. Le Tableau XIX résumant les propriétés des couches déposées avec la configuration mêmes polarités montre que l'on obtient à très basse pression des propriétés en termes de dureté, de module d'Young et de réflectivité meilleures que celles obtenues habituellement.

Disposition	Débit Ar (sccm)	Débit N <sub>2</sub> (sccm)	Pression (mTorr)	Courant PS (A)	Épaisseur ( $\mu\text{m}$ )	R (%)	HRC 150 kg	Dureté (Hv)	Module Young (GPa)
Mêmes polarités	65	90	4,0	2,2	2,5	12	HF1	1200	240
Mêmes polarités	20	72	1,4	1,9	2,0	45	HF1	2400	303

**Tableau XIX :** Propriétés des couches de CrN obtenues avec la configuration mêmes polarités pour deux pressions de travail différentes (puissance micro-onde 1350 W, puissance cathode magnétron 13,2 kW, potentiel DC pulsé sur les pièces -100 V).

Les différents résultats obtenus peuvent être résumés comme suit :

- i) L'utilisation d'une source étendue avec 4 applicateurs ou d'une ligne de 8 sources élémentaires standard, positionnées en face de la cathode, ne modifie quasiment pas les différentes propriétés des couches obtenues.
- ii) Le faible courant collecté par les pièces pendant le procédé en positionnant la source allongée à proximité de la cathode magnétron confirme la perte d'électrons et d'ions

créés par la source micro-onde, ce qui ne permet pas d'obtenir des propriétés satisfaisantes avec la configuration mêmes polarités.

- iii) Le changement de la disposition magnétique des aimants utilisés pour la source étendue et pour la cathode magnétron induit une modification de l'intensité lumineuse émise par la raie de chrome. Ce phénomène permet d'obtenir des couches CrN de qualité satisfaisante malgré un faible courant collecté par les pièces.
- iv) Il est possible d'effectuer des dépôts à très basse pression et d'obtenir des propriétés satisfaisantes avec la source étendue à proximité de la cathode magnétron.

## 5.8. Conclusions sur le chapitre

Après une présentation montrant l'intérêt d'associer des sources micro-onde avec une cathode magnétron pour une meilleure assistance ionique lors de la croissance des couches, ce chapitre a mis en évidence les points suivants :

- i) L'association de sources élémentaires de génération 1 avec une cible dénuée de champ magnétique de type magnétron n'est pas efficace en termes de piégeage des électrons secondaires émis par la cathode, ce qui réduit fortement le rendement d'un procédé PAPVD.
- ii) L'association de sources élémentaires avec une cible magnétron n'est pas envisageable pour des procédés industriels car l'érosion de la bride servant de fixation de la cible serait trop importante.
- iii) L'association de la source étendue, telle que décrite dans le Chapitre 4, avec une cible magnétron a été réalisée. Les tests de fonctionnement ont montré, bien que la diffusion des électrons perpendiculairement aux lignes de champ magnétique soit orientée directement vers les pièces à traiter, une chute du flux ionique atteignant les pièces par rapport à la configuration consistant à placer des sources micro-onde sur la face opposée à la cathode.
- iv) Les tests de dépôt CrN effectués avec la source étendue et la cible magnétron ont mis en évidence la forte influence de la disposition magnétique des aimants de la source micro-onde et des aimants de la cible sur les propriétés mécaniques des couches CrN obtenues, ainsi que sur le débit d'azote nécessaire pour obtenir la moitié de l'intensité lumineuse émise par la raie correspondante au chrome par rapport à cette intensité émise sans azote.

Toutefois, afin de déterminer précisément les avantages des dépôts sous assistance ionique, il sera nécessaire de trouver une configuration qui permette d'atteindre sensiblement un même courant collecté par le porte substrat que lorsque les sources micro-onde sont placées sur la face opposée à la cible magnétron, et qui nécessite le même débit d'azote pour obtenir les 50% de l'intensité lumineuse émise par la raie de chrome (521 nm).

# **Conclusion générale et perspectives**

## Conclusion générale et perspectives

L'objectif de ce travail s'inscrivait dans une démarche d'industrialisation de sources plasma micro-onde pour des dépôts DLC et CrN en vue, d'une part, de réduire le volume horaire lié à la maintenance, et, d'autre part, améliorer les performances de ces sources pour obtenir une meilleure uniformité de traitement dans les réacteurs tout en conservant les propriétés mécaniques des couches.

L'étude des sources élémentaires micro-onde standard de type multi-dipolaires [14-17], initialement utilisées dans les réacteurs de HEF, a montré que celles-ci sont transposables dans un procédé industriel après des ajustements simples. Une uniformité satisfaisante des dépôts DLC a pu être obtenue à condition d'utiliser une disposition magnétique de ces sources en polarités alternées. Les propriétés mécaniques de ces couches DLC déposées avec cette disposition alternée remplissent bien les spécifications requises dans le cadre des applications développées par HEF. En outre, l'étude expérimentale paramétrique du procédé de dépôt a montré qu'une voie envisageable pour l'amélioration de ces propriétés est l'ajout hydrogène dans le mélange de gaz habituellement utilisés (acétylène et argon). Parallèlement à l'étude du procédé de dépôt, une partie du travail de transfert technologique a été consacré à la recherche de solutions simples et fiables permettant de réduire les procédures de nettoyage des sources et les contaminations particulières.

Dans cette même démarche de transfert industriel, et afin de renforcer la robustesse mécanique de ces sources, une source micro-onde de génération 2 a été conçue sur le même principe de fonctionnement que les sources micro-onde standard mais avec une homothétie qui conduit à des dimensions plus importantes de la structure coaxiale. L'étude de cette source de génération 2 a toutefois montré que l'installation de la nouvelle source dans un réacteur de HEF rencontre des problèmes en raison de la forte influence de la proximité des parois du réacteur sur les performances de la source en termes d'amorçage du plasma et de densité ionique. En effet, la densité ionique dans l'axe de la source est beaucoup plus faible que dans le cas d'une source élémentaire standard. Ce point constitue un inconvénient important en défaveur de la source élémentaire de génération 2 puisque l'objectif est d'apporter une assistance ionique suffisante au niveau des pièces à traiter pour obtenir des propriétés mécaniques satisfaisantes dans le cadre des applications développées par HEF.

Aussi, pour obtenir une densité plasma plus importante au niveau des pièces à traiter, une source élémentaire de génération 3 a donc été conçue et développée avec pour objectif de générer un plasma de diffusion orienté principalement vers l'avant de la source. Comme les sources de générations 1 et 2, cette nouvelle source, qui présente une symétrie azimutale, est constituée d'une structure magnétique circulaire de type magnétron (deux aimants annulaires concentriques de polarités opposées) disposée à l'extérieur de l'extrémité d'un applicateur micro-onde coaxial. L'étude paramétrique de cette source inédite a permis d'en optimiser la configuration géométrique afin d'obtenir les meilleures performances possibles en termes de densité ionique du plasma de diffusion suivant l'axe de l'applicateur micro-onde.

Pour réaliser l'extension d'échelle du plasma afin, en particulier, d'obtenir une excellente uniformité des dépôts DLC, notre choix s'est porté sur la réalisation d'une source unique étendue (suivant la longueur) plutôt que sur la distribution de sources élémentaires de génération 3 indépendantes. Ainsi, une source étendue suivant la longueur a été réalisée en s'appuyant sur le concept mis en œuvre avec les sources de génération 3, c'est-à-dire en distribuant un certain nombre d'applicateurs dans l'axe d'une piste magnétron allongée. Ce



type de source étendue a donné satisfaction sur ce point puisque l'uniformité des dépôts DLC est aussi bonne avec l'utilisation d'une source étendue comprenant 4 applicateurs qu'avec une ligne de 7 ou 8 sources élémentaires standard, tout en augmentant la vitesse de dépôt et en conservant des propriétés mécaniques satisfaisantes.

Toutefois, l'amorçage du plasma avec la source étendue s'est révélé souvent difficile en raison d'une interaction électromagnétique forte entre applicateurs et des fortes différences d'impédance, d'une part, en absence et en présence de plasma, et, d'autre part, entre la ligne coaxiale et le plasma en extrémité d'applicateur. Une modification de la configuration du champ magnétique de la source étendue a permis de réduire le niveau de cette difficulté, mais il est nécessaire de poursuivre l'étude pour pouvoir valider définitivement l'utilisation industrielle de la source étendue.

En dehors des dépôts de type PACVD comme le DLC, l'association de sources micro-onde avec une cathode magnétron apporte des avantages importants en termes d'assistance ionique au niveau des substrats lors des dépôts par pulvérisation directe ou réactive. Parmi les différentes solutions envisageables, c'est l'association d'une source étendue de génération 3 disposée le long d'une cathode magnétron qui a été retenue pour l'étude du dépôt de couches de nitrure de chrome CrN par pulvérisation réactive d'une cible de chrome Cr en plasma de mélange argon / azote. Les différents tests réalisés avec ce système ont permis d'établir les principaux axes de développement qui devront porter notamment sur la recherche de configurations géométriques permettant d'éviter des pertes importantes d'électrons issus de la source étendue, ainsi que sur une compréhension de l'influence de la disposition mutuelle des aimants constituant la source étendue et la cathode magnétron sur les propriétés mécaniques des couches de CrN et sur les mécanismes d'empoisonnement par l'azote de la cible de chrome lors de la pulvérisation.

L'ensemble des résultats obtenus au cours de mon travail de thèse ont démontré, d'une part, que différentes sources micro-onde distribuées pouvaient être utilisées avec succès dans le cadre de procédés industriels stables (e.g. dépôts de DLC par PACVD), c'est-à-dire ne nécessitant pas forcément de mises au point spécifiques, au cas par cas, et, d'autre part, que ces sources micro-onde pouvaient être associées, toujours au niveau industriel, à d'autres techniques plasma de dépôt (PAPVD) comme la pulvérisation cathodique ou la pulvérisation magnétron (e.g. dépôts de CrN par pulvérisation réactive).

Ces résultats confirment aussi l'apport important de ce type de sources au niveau de la flexibilité ou de la souplesse d'utilisation en termes de configurations géométriques, de conditions opératoires, et donc de mise en œuvre, y compris dans des réacteurs existants, ouvrant ainsi de très nombreuses perspectives nouvelles en particulier pour la mise en œuvre de nouveaux procédés comme les procédés duplex (PACVD/PAPVD, PACVD/implantation ionique par immersion plasma ou PBII, PAPVD/PBII) ou séquentiels.

# Références

## Références

- [1] C. M. Taylor, *Automobile engine tribology: design considerations for efficiency and durability*, Wear, **221** (1998) 1-8
- [2] M. Priest, C.M. Taylor, *Automobile engine tribology: approaching the surface*, Wear, **241** (2000) 193-203
- [3] S. Pan, H. Hanawa, J. Forster, F. Chen, Brevet WO0186697A2, *Inductive Plasma Loop Enhancing Magnetron Sputtering*, (15.11.01)
- [4] S. Edelstein, M. Subramani, Brevet US730722, *Active shield for generating a plasma for sputtering*, (08.10.96)
- [5] M. Pichot, A. Durandet, J. Pelletier, Y. Arnal, L. Vallier, *Microwave multipolar plasmas excited by distributed electron cyclotron resonance : concept and performance*, Rev. Sci. Instrum. **59** (1988) 1072-1075
- [6] M. Pichot, J. Pelletier, *Microwave Excited Plasmas*, édité par M. Moisan et J. Pelletier, Elsevier, Amsterdam (1992) 419-434
- [7] J. Pelletier, *Microwave Discharges : Fundamentals and Applications*, édité par C. Ferreira et M. Moisan, Plenum, New York (1993) 181-204
- [8] J. Pelletier, T. Lagarde, *Chemical vapor deposition in high-density low-pressure plasmas : reactor scale-up and performance*, Thin Solid Films, **241** (1994) 240-246
- [9] J. Pelletier, T. Lagarde, A. Durandet, K. Tynelius-Diez, *Microwave Plasma and its Application*, édité par A. Lebedev, The Moscow Physical Society, Moscou (1995) 352-365
- [10] J. Pelletier, *High Density Plasma Sources : Design, Physics and Performance*, édité par O. Popov, New Jersey : Noyes Publications, Park Ridge (1995) 380-425
- [11] T. Lagarde, J. Pelletier, Y. Arnal, *Influence of the multipolar magnetic field configuration on the density of distributed electron cyclotron resonance plasmas*, Plasma Sources Sci. Technol. **6** (1997) 53-60
- [12] J. Pelletier, T. Lagarde, Y. Arnal, *Recent developments in DECR plasmas*, J. Physique IV, **8** (1998) 121-132
- [13] J. Pelletier, T. Lagarde, Y. Arnal, *Advanced Technologies Based on Wave and Beam Generated Plasmas*, édité par H. Schlüter et A. Shivarova, Kluwer, Amsterdam (1999) 97-110
- [14] J. Pelletier, A. Lacoste, T. Lagarde, Y. Arnal, *Novel designs and perspectives for DECR plasmas, interest, limitations and perspectives*, J. Tech. Phys. **41** (2000) 133-144
- [15] Y. Arnal, A. Lacoste, J. Pelletier, *Nouvelles applications des structures « magnétron » excitées par micro-ondes*, Le Vide, **297** (2000) 258-266
- [16] J. Pelletier, A. Lacoste, Y. Arnal, T. Lagarde, C. Lincot, D. Hertz, *New trends in DECR plasma technology : applications to novel duplex treatments and process combinations with extreme plasma specifications*, Surf. Coat. Technol. **139** (2001) 222-232
- [17] T. V. Tran, *Caractérisation et modélisation des plasmas micro-onde multidipolaires*, Université Joseph Fourier, Grenoble (22 décembre 2006)
- [18] M. Moisan, Z. Zakrzewski, J. Pelletier, J. Pollak, Y. Arnal, A. Lacoste, T. Lagarde, *Compact waveguide-based power divided feeding independently any number of coaxial lines*, IEEE Trans. on Microwave Theory and Techniques, **55** (2007) 951-957
- [19] J. P. Perez, *Électromagnétisme : Fondements et Applications*, Masson Sciences (2001)

- [20] Kyocera, base de données fournisseur matériaux diélectriques pour les hyperfréquences, (www.kyocera.fr)
- [21] C. Casiraghi, F. Piazza, A.C. Ferrari, D. Grambole, J. Robertson, *Diamond & Related Materials*, **14** (2005) 1098-1102
- [22] M. Diers, Rapport de stage M2, *Étude d'un réacteur plasma micro-ondes généré par des sources RCE et de ses applications en PECVD* (2007)
- [23] Base de données mécanismes réactionnels (www.nist.gov/pml/data/index.cfm)
- [24] W. Y. Fan, P. F. Knewstubb, M. Kaning, L. Mechold, J. Ropele, *J. Phys. Chem. A*, **103** (1999) 4118
- [25] R. K. Janev, J. G. Wang, I. Murakami, T. Kato, *Nat. Inst. for Fusion Sci.* (2001) 68
- [26] D. B. Popovic, N. Djuric, K. Holmberg, A. Neau, G. H. Dunn, *Phys. Rev. A*, **64** (2001) 52709
- [27] P. V. Grujic, N. Simonovic, *J. Phys. B*, **31** (1998) 2611
- [28] J. R. Dingle, D. J Le Roy, *J. Chem. Phys.* **18** (1950) 1632-1637
- [29] A. Ricard, *Plasmas réactifs*, Société Française du Vide (1995)
- [30] E. Meeks, R. S. Larson, P. Ho, C. Apblett, S. M. Han, E. Edelberg, E. Aydil, *J. Vac. Sci. Technol.* **16** (1998) 544
- [31] J. Pelletier, S.Béchu, A. Lacoste, F. Silva, *Interactions des plasmas d'hydrogène avec les surfaces. Physique, chimie et procédés*, présentation réunion plénière GDR Arches, La Londe les Maures (2009)
- [32] H. Tawara, *J. Phys. Chem. Rev. Data*, **19** (1990) 617-636
- [33] M. A. Tamor, W. C. Vassel, *J. Appl. Phys.* **76** (1994) 3823-3830
- [34] A. Grill, V. Patel, *Appl. Phys. Lett.* **60** (1992) 2089-2091
- [35] D. Sunil, V. D. Vankar, K. L. Chopra, *J. Mater. Eng.* **12** (1990) 121-126
- [36] T. Heitz, *Photoluminescence, propriétés vibrationnelles et microstructure de films minces de carbone amorphe hydrogéné*, École Polytechnique, Palaiseau (1998)
- [37] E. Pijper, M. F. Somers, G. J. Kroes, R. A. Olsen, E. J. Baerends, H. F. Busnengo, A. Salin, D. Lemoine, *Chem. Phys. Lett.* **347** (2001) 277-284
- [38] H. F. Busnengo, E. Pijper, M. F. Somers, G. J. Kroes, A. Salin, R. A. Olsen, D. Lemoine, W. Dong, *Chem. Phys. Lett.* **356** (2002) 515-522
- [39] L. Martin-Gondre, C. Crespos, P. Larregaray, J. C. Rayez, B. van Ootegem, D. Conte, *Chem. Phys. Lett.* **471** (2009) 136-142
- [40] L. Thomas, I. Jauberteau, J. L. Jauberteau, M. J. Cinelli, J. Aubreton, A. Catherinot, *Appl. Phys. Lett.* **68** (1996) 1634-1636
- [41] A. Khettache, M. Zine Touhami, B. Hermanns Heinrich, L. Mahdjoubi, B. Bouzabata, W. Horst, *Carbon*, **41** (2003) 856-858
- [42] M. Maharizi, N. Croitoru, A. Seidman, *Journal of Non-Crystalline Solids*, **289** (2001) 221-227
- [43] J. D. Swift, M. J. R. Schwar, *Electrical Probes for Plasma Diagnostics*, Ilife Books Ltd, London (1970)
- [44] J. G. Laframboise, J. Rubinstein, *Phys. Fluids*, **12** (1976) 1900-1908
- [45] J. G. Laframboise, L. J. Sonmor, *J. Geophys. Research*, **98**, A1 (1993) 337-357

- [46] R. Maurau, *Caractérisation d'une source de plasma multi-dipolaire-Application à un réseau bi-dimensionnel*, Rapport de stage de maîtrise, Université Joseph Fourier (juin 2003)
- [47] S. Béchu, *Mesures de sondes électrostatiques en plasma basse pression dans Plasmas Froids : Génération, caractérisation et technologies*, Publications de l'Université de Saint-Etienne (2004) 159-223
- [48] M. B. Hopkins, W. G. Graham, J. Phys. D : Appl. Phys, **20** (1987) 838-843
- [49] M. Moisan, J. Pelletier, *Physique des plasmas collisionnels – Application aux décharges haute fréquence*, EDP Sciences - Grenoble Sciences (2006) 106-117
- [50] G. J. M. Hagelaar, Plasma Sources Sci. Technol. **16** (2007) S57 – S66
- [51] G. J. M. Hagelaar, J. Appl. Phys. **96** (2004) 1819-1828
- [52] J. Pelletier, A. Lacoste, S. Béchu, Brevet FR0606680A1, *Procédé et dispositif de production de plasma à partir de structures magnétiques planaires*, (21.07.06)
- [53] J. Pelletier, S. Béchu, A. Bes, A. Lacoste, Brevet FR0857392A1, *Dispositif et procédé de production et/ou de confinement d'un plasma*, (30.10.08)
- [54] J. Pelletier, A. Lacoste, S. Béchu, A. Bes, Brevet FR0606679A1, *Procédé et dispositif de production de plasma à partir de structures magnétiques de type magnétron*, (21.07.06)
- [55] AB. Petrin, JK. Shin, JJ. Oh, SG. Kim, JH. Hur, Brevet KR44894/2003, *Elementary plasma source generation apparatus using the same*, (03.07.03)
- [56] X. Bonnin, *Cinétique des plasmas hors équilibres contenant des hydrocarbures : du développement de procédés de dépôts assistés par plasma à l'étude des plasmas de bord pour la fusion thermonucléaire contrôlée*, présentation GDR Arches (2006)
- [57] T. Lagarde, J. Pelletier, Y. Arnal, Plasma Sources Sci. Technol. **6** (1997) 53
- [58] R. Burke, J. Pelletier, *Discharges confined by multipolar magnetic fields*, Microwave Excited Plasmas, édité par M. Moisan et J. Pelletier, Elsevier, Amsterdam (1992) 273-301
- [59] C. Gauthereau et G. Matthieussent, J. Physique, **45** (1984) 1113
- [60] J. Pelletier et G. Matthieussent, *Homogeneity in multipolar discharges : the role of primary electrons*, Microwave Excited Plasmas, édité par M. Moisan et J. Pelletier, Elsevier, Amsterdam (1992) 351-384
- [61] C. Courteille, J. Bruneteau, F. P. G. Valckx, Z. Sledzievski, M. Bacal, Rev. Sci. Instrum. **64** (1993) 3265
- [62] E. Wallin, U. Helmersson, Thin Solid Films, **516** (2008) 6398-6401
- [63] Ph. Roquiny, F. Bodart, G. Terwagne, Surface and Coatings Technology, **116-119** (1999) 278-283
- [64] Z. G. Zhang, O. Rapaud, N. Bonasso, D. Mercs, C. Dong, C. Coddet, Vacuum, **82** (2008) 501-509
- [65] J. J. Olaya, S. E. Rodil, S. Muhl, E. Sanchez, Thin Solid Films, **474** (2005) 119-126
- [66] T. Lagarde, R. Corbin, Brevet FR0512802A1, *Procédé de production de plasma associé à un plasma annexe à décharge distribuée et système de mise en œuvre associé*, (16.12.05)
- [67] A. G. Spencer, C. A. Bishop, R. P. Howson, Vacuum, **37** (1987) 363-366
- [68] G. Mohanrao, S. Mohan, Vacuum, **40** (1990) 313-314

# Annexes

## Annexe A : Mécanismes de production et de diffusion du plasma dans un champ magnétique multipolaire

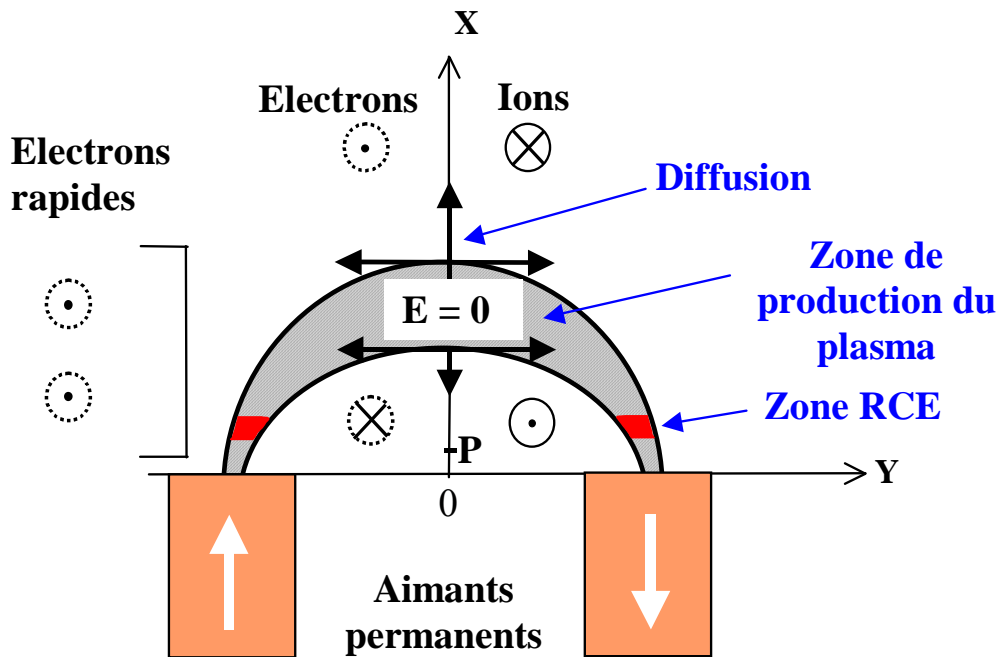
Dans les sources plasma à résonance cyclotronique électronique, le chauffage des électrons est obtenu par un champ électrique micro-onde appliqué et réparti sur une structure magnétique multipolaire capable de fournir le long des aimants permanents la condition de résonance cyclotronique électronique  $\omega = \omega_c$ . Les électrons rapides ainsi générés à la RCE produisent un plasma froid qui diffuse hors de la zone source, préférentiellement vers les zones de champ magnétique faible.

L'objectif de cette annexe consiste à rappeler les résultats expérimentaux et théoriques, déjà anciens, décrivant la physique des mécanismes de production et de diffusion du plasma dans un champ magnétique multipolaire. Dans ce but, nous allons considérer séparément les effets du champ magnétique multipolaire sur le plasma lui-même, c'est à dire sur les ions et les électrons lents (électrons froids), et ceux sur les électrons rapides (électrons chauds ou primaires) accélérés à la RCE, qui produisent le plasma.

Les structures multipolaires les plus répandues et les plus efficaces sont constituées de barres d'aimants parallèles et présentant des polarités magnétiques alternées (Fig. A.1). Le champ magnétique  $\mathbf{B}(x,y)$  est situé dans le plan  $(x, y)$  et dérive d'un potentiel vecteur magnétique parallèle à l'axe Oz ( $B_z = 0$  et  $\partial \mathbf{B} / \partial z = 0$ ). Les lignes de champ convergent vers les pôles des aimants et relient le pôle d'un aimant à son pôle opposé ou aux pôles opposés des aimants adjacents. En face du pôle d'un aimant, l'intensité  $B$  du champ magnétique décroît de façon monotone lorsqu'on s'éloigne de l'aimant. Entre deux aimants, l'intensité  $B$  part de zéro, augmente en s'éloignant des aimants jusqu'à atteindre un maximum à un point  $P$  qui constitue un col pour le champ magnétique  $\mathbf{B}$ . Ensuite, au-delà de ce point  $P$ , l'intensité du champ magnétique devient indépendante de la position par rapport aux aimants et décroît exponentiellement en s'éloignant des aimants.

A basse pression, les électrons rapides se comportent, entre deux collisions, comme des particules indépendantes en mouvement dans le champ magnétique multipolaire et le champ électrique  $\mathbf{E}$  de charge d'espace du plasma. Toutefois, comme la force exercée sur un électron rapide par le champ magnétique  $-e \mathbf{v} \times \mathbf{B}$  est très grande devant celle exercée par le champ électrique  $-e \mathbf{E}$ , les trajectoires des électrons rapides, contrairement à celles des électrons froids du plasma, ne sont pratiquement pas influencées par le champ électrique de charge d'espace.

En négligeant l'influence du champ électrique de charge d'espace devant l'action du champ magnétique, l'étude détaillée des caractéristiques des mouvements et des trajectoires des électrons rapides conduit à distinguer deux catégories d'électrons, ceux qui sont libres de s'échapper dans les régions exemptes de champ magnétique, et ceux qui sont piégés dans le champ magnétique multipolaire. L'étude du mouvement d'un électron rapide piégé dans le champ magnétique multipolaire montre qu'il oscille entre deux points miroirs (Annexe B) en regard de deux pôles opposés, et que sa trajectoire, qui s'enroule autour d'une ligne de champ moyenne, reste confinée entre deux lignes de champ magnétique. Ce mouvement se poursuit ainsi jusqu'à ce que l'électron subisse des collisions élastiques ou inélastiques (excitation ou ionisation).



**Figure A.1 :** Représentation schématique de la production de plasma et de sa diffusion dans un champ magnétique multipolaire. Les flèches indiquent la direction et le sens des vitesses de diffusion et de dérive des ions et des électrons du plasma, ainsi que des électrons rapides.

Une description plus complète du mouvement des électrons rapides montre aussi que, à côté des mouvements d'oscillation entre deux pôles magnétiques opposés, ces électrons subissent un mouvement de dérive le long des aimants, perpendiculairement au plan (x, y) contenant le champ magnétique  $\mathbf{B}$ . Cette vitesse de dérive est due à la courbure du champ magnétique et au gradient de ce même champ magnétique, et par conséquent, change de direction avec celle du champ magnétique ou avec le rayon de courbure du champ magnétique.

Un moyen pour produire des électrons rapides directement dans le champ magnétique multipolaire consiste à transférer de l'énergie HF ou micro-onde aux électrons par RCE. C'est le développement de ce mode d'accélération des électrons qui est à l'origine de l'excitation DECR. Elle requiert, d'une part, une structure à aimants permanents capable de fournir une intensité de champ magnétique  $B_c$  suffisante pour le couplage RCE :

$$B_c = 2\pi \frac{m_e}{e} f_0 \quad (\text{A.1})$$

où  $f_0 = \omega / 2\pi$  est la fréquence micro-onde, et, d'autre part, des applicateurs linéaires capables de distribuer le champ électrique micro-onde le long des barres d'aimants de la structure magnétique. Un tel arrangement permet de générer le plasma le long de la structure multipolaire, où les électrons rapides, accélérés à la RCE, sont piégés et oscillent entre deux pôles magnétiques opposés adjacents jusqu'à ce qu'ils ionisent le gaz. Le plasma ainsi produit dans ces lobes diffuse ensuite préférentiellement vers les régions de faible intensité de champ magnétique, perpendiculairement aux lignes de champ magnétique, sous l'influence des gradients de densité et du champ électrique de charge d'espace qui en résulte. Ainsi, en dehors



de la zone d'influence du champ magnétique multipolaire, on recueille un plasma de diffusion relativement froid, sans électrons rapides, ceux-ci étant restés piégés dans le champ magnétique.

Une interprétation cohérente issue d'un modèle de diffusion tel que défini ci-dessus consiste à supposer que, une fois produits par les électrons rapides accélérés à la RCE, les ions et les électrons froids du plasma vont, dans le plan du champ magnétique, diffuser perpendiculairement à ces lignes de champ. En effet, pendant leur diffusion, les ions et les électrons froids du plasma oscillent aussi, comme les électrons rapides, le long des lignes de champ magnétique entre deux pôles magnétiques opposés, d'où l'absence de diffusion parallèlement aux lignes de champ magnétique. De même, si on suppose que le plasma est invariant le long des aimants ( $\partial / \partial z = 0$ ), il n'apparaît pas non plus de gradients de densité, ni de champ électrique de charge d'espace parallèlement aux aimants. Par conséquent, en l'absence de diffusion suivant Oz et parallèlement au champ magnétique, la quasi-neutralité du plasma implique que la diffusion dans le plan du champ magnétique, perpendiculairement aux lignes de champ magnétique, est ambipolaire.

L'hypothèse de la diffusion ambipolaire du plasma dans le plan du champ magnétique, fournit un tableau complet du comportement du plasma dans un champ magnétique multipolaire (Fig. A.1). Il peut se résumer de la manière suivante :

- i) Dans une structure magnétique multipolaire, le plasma est produit par des électrons rapides qui dérivent le long des aimants et oscillent entre deux pôles magnétiques opposés voisins entre deux lignes de champ magnétique qui délimitent la zone source de plasma.
- ii) Dans une source de type DECR, les électrons rapides sont accélérés à la RCE dans une (ou plusieurs) zone(s) de couplage avec les micro-ondes, chacune de ces zones induisant une région source de plasma. Les zones de couplage et les régions source de plasma correspondantes sont inscrites entre les mêmes lignes de champ magnétique.
- iii) Les ions et les électrons froids du plasma produits le long des trajectoires des électrons rapides (régions source de plasma) oscillent initialement, comme les électrons rapides, entre les mêmes pôles magnétiques et les lignes de champ entre lesquelles ils sont produits.
- iv) Tout en oscillant, les ions et les électrons froids du plasma diffusent ensuite au loin de la région source de plasma, perpendiculairement aux lignes de champ magnétique, sous l'influence des gradients de densité et du champ électrique de charge d'espace du plasma.
- v) En l'absence de champ électrique extérieur appliqué (conditions aux parois), la diffusion des ions et des électrons froids dans le plan du champ magnétique est ambipolaire.
- vi) Comme les électrons rapides, les ions et les électrons froids du plasma dérivent le long des aimants, perpendiculairement au plan du champ magnétique. Le sens de dérive dépend du signe de la charge électrique et des paramètres du plasma (Fig. A.1).

Ce tableau des mécanismes de production et de diffusion des plasmas dans une structure magnétique multipolaire, qui s'appuie sur de nombreux travaux, permet de proposer un scénario et une image crédibles pour ce type de sources plasma. Ce modèle physique inclut les sources magnétron, dont le champ multipolaire est généralement réduit à celui d'un champ magnétique dipolaire, mais dont la physique relève des mêmes hypothèses. La meilleure

compréhension de cette physique est de première importance pour l'amélioration des plasmas multipolaires et de leurs performances. Toutefois, compte tenu de leurs conséquences et des nombreuses remises en cause qu'elles entraînent, certaines des hypothèses généralement admises méritent une discussion plus approfondie.

Une des hypothèses faites pour la modélisation des plasmas multipolaires concernait l'étude des trajectoires des électrons rapides où l'on supposait que les forces magnétiques étaient grandes devant les forces électriques dues au champ de charge d'espace du plasma. En fait, cette hypothèse est superflue car les régions source de plasma, définies plus haut, correspondent en fait à un maximum local de la densité du plasma produit le long des trajectoires des électrons primaires. Autrement dit, autour de ce maximum, la densité du plasma est constante, au second ordre près, et le champ électrique de charge d'espace, proportionnel au gradient de densité du plasma, est nul. Par conséquent, la trajectoire des électrons primaires entre deux collisions peut être calculée en ne prenant en compte que les seules forces magnétiques.

Une conséquence importante de ce résultat concerne les vitesses de dérive des espèces chargées, électrons primaires, ions et électrons froids du plasma. En effet, sous certaines conditions d'adiabacité (rayon de Larmor beaucoup plus petit que l'échelle d'inhomogénéité du champ magnétique), la vitesse de dérive globale  $\mathbf{v}_j$  d'une espèce  $j$  peut s'exprimer sous la forme :

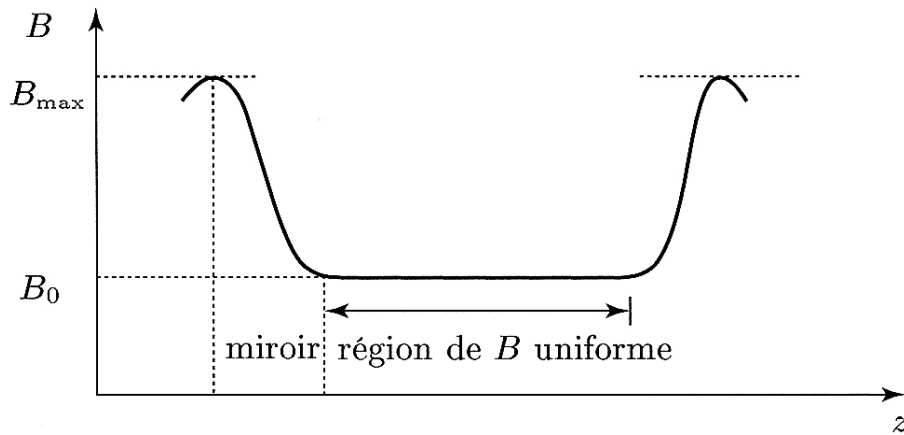
$$\mathbf{v}_j = \frac{\mathbf{E} \times \mathbf{B}}{B^2} + \frac{m_j}{q_j} \left( v_{j\parallel}^2 + \frac{1}{2} v_{j\perp}^2 \right) \frac{\mathbf{R} \times \mathbf{B}}{R^2 B^2} \quad (\text{A.2})$$

où  $v_{j\parallel}$  et  $v_{j\perp}$  sont les vitesses parallèles et perpendiculaires au champ magnétique des espèces  $j$ ,  $m_j$  et  $q_j$  leur masse et leur charge électrique, et  $\mathbf{R}$  le vecteur du rayon de courbure du champ magnétique. Le premier terme de l'Équ. A.2 correspond à la dérive électrique, et le second à la dérive magnétique (courbure de champ magnétique et gradient de champ magnétique).

Dans la région source de plasma, où le champ électrique de charge d'espace est nul ( $\mathbf{E} = 0$ ), seules les vitesses de dérive magnétique subsistent. Comme la direction de ces vitesses de dérive dépend de la charge des espèces, on peut donc en déduire que, dans la région source de plasma, les électrons primaires et les électrons froids du plasma dérivent le long des aimants en sens opposé des ions positifs. Le champ électrique de charge d'espace qui apparaît en dehors de la région source de plasma change de signe de part et d'autre et on peut montrer que les vitesses de dérive macroscopiques des ions et des électrons sont de sens contraire et changent de signe de part et d'autre de la zone source (Fig. A.1).

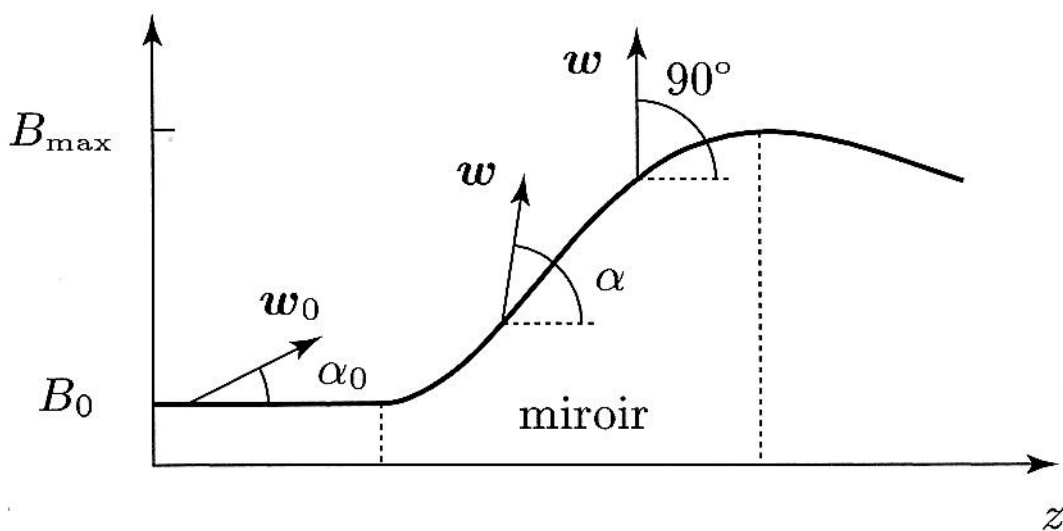
## Annexe B : Points miroirs et cône de pertes d'un miroir magnétique

Considérons la configuration typique d'un confinement magnétique, avec un miroir à chaque extrémité, telle que décrite sur la Fig. B.1.



**Figure B.1 :** Configuration typique du champ magnétique de confinement où chaque extrémité est close par un miroir.

La particule traverse la zone uniforme avec une vitesse  $w_0$  faisant un angle  $\alpha_0$  avec l'axe du champ  $\mathbf{B}$  pour atteindre la zone miroir avec une vitesse  $w$  faisant un angle  $\alpha$  avec l'axe du champ  $\mathbf{B}$  (Fig. B.2).



**Figure B.2 :** Orientation du vecteur vitesse par rapport à l'axe dans la zone à champ magnétique uniforme ( $\alpha_0$ ) et dans la zone miroir ( $\alpha$ ).

Dans la région à champ uniforme  $\mathbf{B}_0$  (Fig. B.3), le vecteur vitesse peut s'écrire sous la forme :

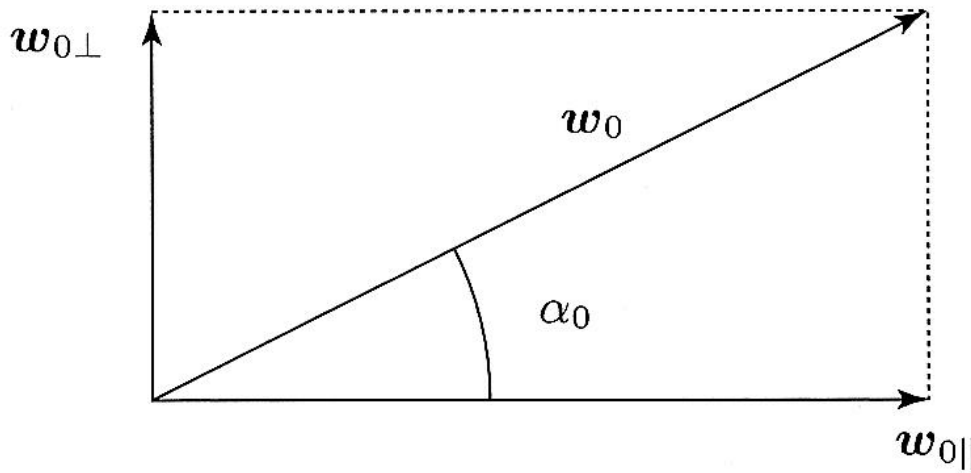
$$\mathbf{w}_0 = \mathbf{w}_{0\parallel} + \mathbf{w}_{0\perp} \quad (\text{B.1})$$

avec  $\mathbf{w}_{0\parallel}$  la composante du vecteur vitesse parallèle au champ magnétique, et  $\mathbf{w}_{0\perp}$  la composante du vecteur vitesse perpendiculaire au champ magnétique.

$$w_{0\parallel} = w_0 \cos \alpha_0 \quad (\text{B.2})$$

$$w_{0\perp} = w_0 \sin \alpha_0 \quad (\text{B.3})$$

$$w_0 = \sqrt{w_{0\parallel}^2 + w_{0\perp}^2} \quad (\text{B.4})$$



**Figure B.3 :** Décomposition de la vitesse  $\mathbf{w}_0$  suivant l'axe  $z$  ( $\mathbf{w}_{0\parallel}$ ) et perpendiculairement à celui-ci ( $\mathbf{w}_{0\perp}$ ).

Dans l'hypothèse où le champ  $B$  varie lentement suivant  $z$  et en l'absence de champ  $\mathbf{E}$  appliqué, le moment magnétique  $\mu$  est, en première approximation, constant.

Les points miroirs sont définis comme les points où la composante du vecteur vitesse parallèle au champ magnétique  $w_{\parallel}$  des espèces chargées est nulle.

Le moment magnétique  $\mu$  s'écrit sous la forme :

$$\mu = \frac{m_\alpha w_\perp^2}{2B} \quad (\text{B.5})$$

où  $m_\alpha$  est la masse de la particule chargée.

On peut donc établir la relation suivante :

$$w^2 = w_{\parallel}^2 + \frac{2\mu B}{m_{\alpha}} \quad (\text{B.6})$$

soit :

$$w_{\parallel} = \pm \sqrt{w^2 - \frac{2\mu B}{m_{\alpha}}} \quad (\text{B.7})$$

La composante  $w_{\parallel}$  s'annule donc pour une valeur du champ magnétique donnée par :

$$B_{\text{miroir}} = \frac{m_{\alpha} w^2}{2\mu} \quad (\text{B.8})$$

Afin de calculer le taux de réflexion, il est nécessaire de revenir sur l'hypothèse où le champ  $B$  varie lentement suivant  $z$  et en l'absence de champ  $\mathbf{E}$  appliqué, l'énergie cinétique et le moment magnétique  $\mu$  sont, en première approximation, constants.

On peut ainsi établir une relation entre la vitesse dans la région à champ uniforme et celle dans le miroir :

$$\mu = \frac{\frac{1}{2} m_{\alpha} w_0^2 \sin^2 \alpha_0}{B_0} = \frac{\frac{1}{2} m_{\alpha} w^2 \sin^2 \alpha}{B} \quad (\text{B.9})$$

où  $w_{\perp} = w_0 \sin \alpha$  dans la région du miroir, de sorte que :

$$\sin \alpha = \sin \alpha_0 \sqrt{\frac{B}{B_0}} \quad (\text{B.10})$$

Il y a réflexion de la particule chargée dans le cas où  $\alpha > \pi/2$ . La relation (B.10) montre que si  $\alpha_0$  est suffisamment petit, la valeur de  $B/B_0$  pourra ne pas être assez grande pour réaliser la condition  $\sin \alpha = 1$ . Lorsque c'est le cas, la particule chargée passe à travers le miroir et se trouve perdue pour le plasma.

Appelons  $\alpha_{0m}$  la valeur minimum de l'angle  $\alpha_0$  pour laquelle il y a encore réflexion des particules au maximum de champ  $B_{\text{max}}$ . La valeur  $\alpha_{0m}$  s'obtient pour  $\sin \alpha = 1$  dans (B.10) :

$$1 = \sin \alpha_{0m} \sqrt{\frac{B_{\text{max}}}{B_0}} \quad (\text{B.11})$$

et donc :

$$\sin \alpha_{0m} = \frac{1}{\sqrt{R}} \quad (\text{B.12})$$

avec  $R$  le rapport du miroir défini par  $R = B_{\text{max}}/B_0$ .

L'angle  $\alpha_{0m}$  définit un cône à l'intérieur duquel les particules chargées quitteront le système magnétique.

Si l'on suppose que la distribution angulaire des vitesses des particules chargées est isotrope dans la zone uniforme, le taux de réflexion  $R$  des particules chargées par le miroir magnétique s'obtient par l'équation suivante :

$$R = \frac{\int_0^{\alpha_{0m}} \sin 2\alpha_0 d\alpha_0}{\int_0^{\pi/2} \sin 2\alpha_0 d\alpha_0} \quad (\text{B.13})$$

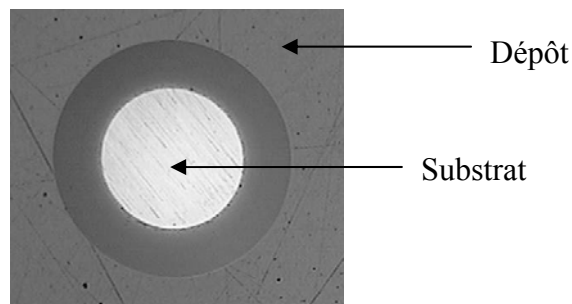
soit :

$$R = 1 - \frac{1}{R} = 1 - \frac{B_0}{B_{\max}} \quad (\text{B.14})$$

## Annexe C : Méthodes de caractérisation spécifique de couches minces

### Calotest

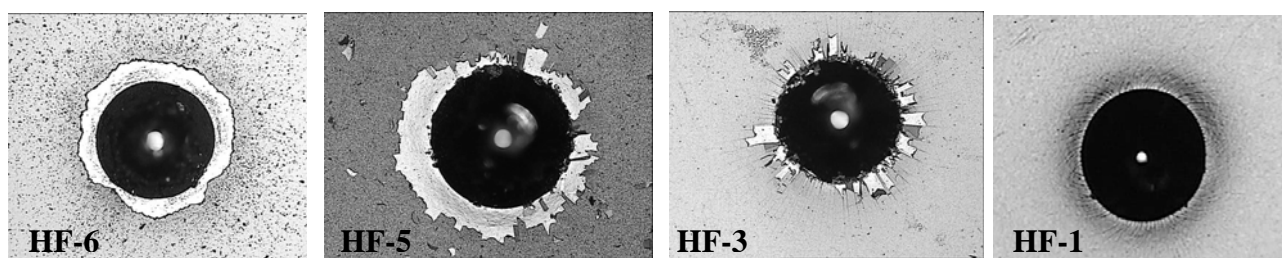
L'objectif est de mesurer l'épaisseur d'une couche mince. Le principe consiste à appliquer sur la surface de l'échantillon une bille d'acier en rotation à laquelle un liquide abrasif est ajouté. Au bout de quelques minutes, le dépôt est percée jusqu'au substrat (Fig. C.1). A l'aide d'un logiciel de traitement optique prenant en compte le diamètre de la bille, ainsi que les diamètres extérieur et intérieur de la calotte, nous obtenons l'épaisseur du revêtement.



*Figure C.1 : Image d'un dépôt après le calotest.*

### Indentation HRC

L'objectif est de donner une valeur qualitative à l'adhérence d'une couche mince. Pour cela une charge de 150 kg est appliquée sur une pointe diamant en contact avec l'échantillon. L'observation du faciès laissé par l'indenteur (Fig. C.2) permet de qualifier l'adhérence du dépôt suivant une classification allant d'HF-1 pour un dépôt très adhérent à HF-6 pour un dépôt non adhérent.



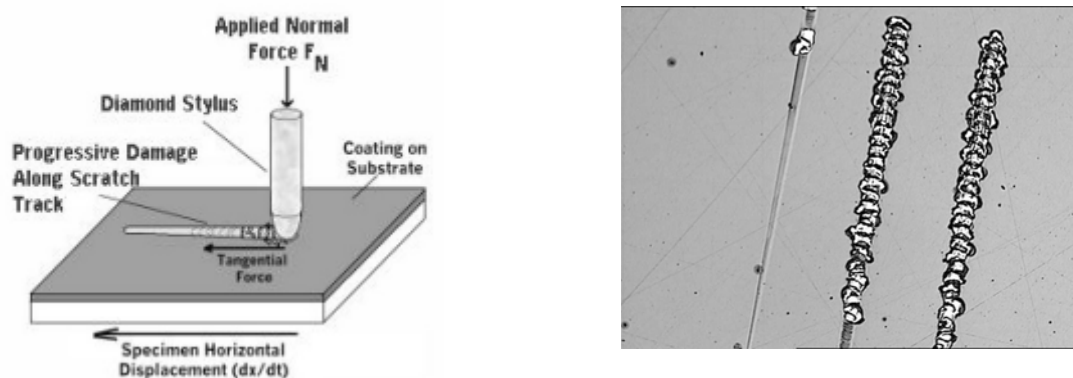
*Figure C.2 : Images de dépôt après indentation HRC 150 kg.*

### Scratch-test

Le scratch test est un dispositif de caractérisation mécanique permettant de déterminer les propriétés d'adhérence de revêtements minces (PVD, CVD) déposés sur tout type de substrat. Le principe consiste à exercer une force croissante sur la couche à tester grâce à un indenteur. L'échantillon est animé d'un mouvement de translation.

La force critique ou force d'arrachement est défini comme la force nécessaire pour éclater le dépôt.

Le dispositif de scratch test est équipé d'un microscope qui permet de suivre les mécanismes d'endommagement du revêtement sollicité. L'aspect des écailles au bord de la rayure (Fig. C.3) donne une information sur la qualité de l'interface substrat/dépôt.



*Figure C.3 : Principe du scratch-test et exemple de résultat.*

### Micro-duromètre

L'objectif est de mesurer les paramètres mécaniques d'une couche mince.

Le microduromètre est un appareil instrumenté possédant un indenteur en diamant. L'appareil enregistre la profondeur d'indentation (ou de pénétration) dans le matériau pendant tout le cycle (charge et décharge) en fonction de la force appliquée (Fig. C.4).

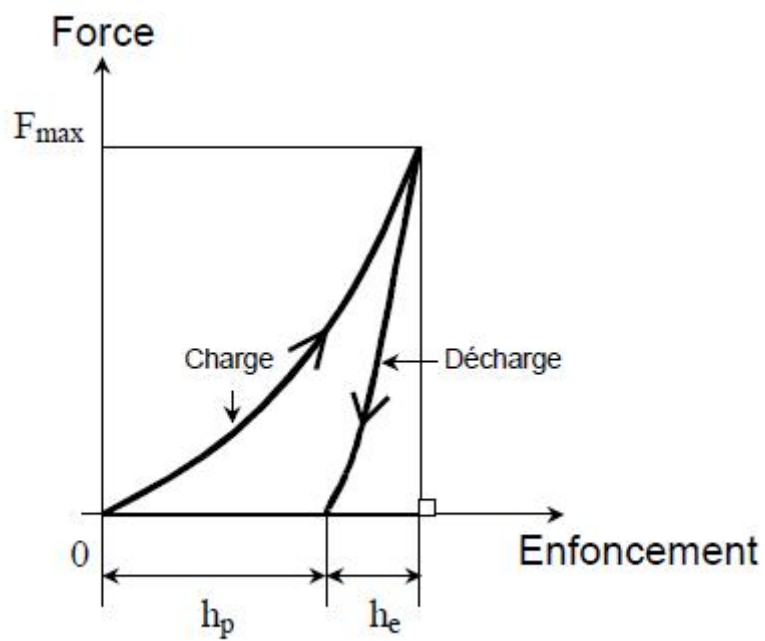
Nous choisissons une quinzaine de point sur la surface de la couche afin de moyenner les incertitudes de mesures.

Pour avoir une mesure fiable, il faut avoir une profondeur d'indentation proche du dixième de l'épaisseur du dépôt. C'est pour cela que nous appliquons des forces faibles (mN).

La microdureté de l'échantillon étudié est déterminée à partir de la valeur de l'enfoncement résiduel  $h_p$ . Ces essais permettent également de déterminer un ordre de grandeur du module de Young des dépôts. Au début de la décharge, la diminution de l'enfoncement est principalement due au retour élastique de l'échantillon sous l'indenteur. Le module de Young équivalent du contact diamant / échantillon  $E^*$  peut être estimé à partir de la pente  $dF/dh$  au début de la décharge (Fig. C.4) :

$$E^* = \frac{\sqrt{2\pi}}{2h_p} \frac{dF}{dh} \quad (C.1)$$





**Figure C.4 :** Force appliquée par l'indentateur en fonction de sa profondeur de pénétration.